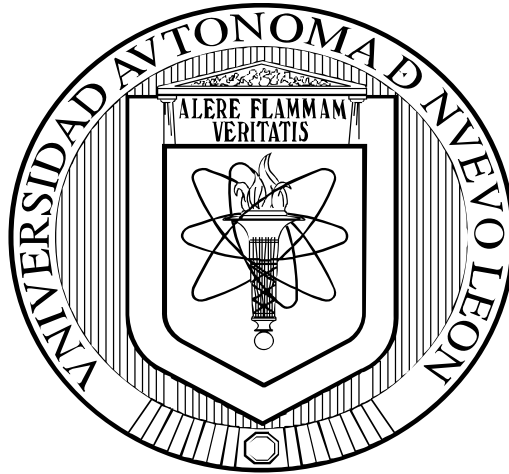


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



**“COMPORTAMIENTO MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO EN LA
ALEACIÓN RESISTENTE AL CALOR HR32 SOMETIDA A
TRATAMIENTO DE ENVEJECIMIENTO”**

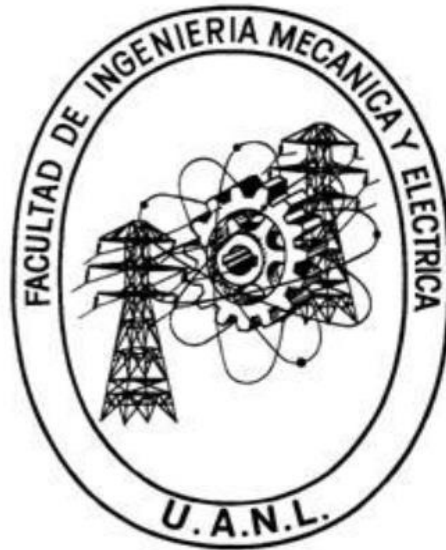
POR

ROSA DOLORES ORTEGA REYES

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

DICIEMBRE, 2016

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



TESIS

**“COMPORTAMIENTO MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO EN LA
ALEACIÓN RESISTENTE AL CALOR HR32 SOMETIDA A
TRATAMIENTO DE ENVEJECIMIENTO”**

POR

ROSA DOLORES ORTEGA REYES

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN,

DICIEMBRE 2016

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis
"COMPORTAMIENTO MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO EN LA
ALEACIÓN RESISTENTE AL CALOR HR32 SOMETIDA A TRATAMIENTO
DE ENVEJECIMIENTO" realizada por el alumno(a) "ROSA DOLORES
ORTEGA REYES", con número de matrícula 1770316, sea aceptada para
su defensa como opción al grado de "MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES"

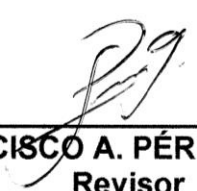
El Comité de Tesis



RAFAEL COLÁS ORTIZ
Asesor



SERGIO HARO RODRÍGUEZ
Revisor



FRANCISCO A. PÉREZ GLZ.
Revisor

Vo. Bo.

Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, Diciembre 2016

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer su apoyo incondicional a mi gran amor y compañero de vida: Paco; a mis hijas Natalia y Sofía que sin saberlo se han convertido en mi mayor inspiración; a mi papá que me enseñó la importancia de la superación continua, honradez y el valor de la familia; a mi mamá por todo su apoyo y enseñanzas a lo largo de mi vida; y a mis hermanas y amigos que me han apoyado en mi correr diario.

Un agradecimiento en especial al Dr. Rafael Colás por confiar en mí y pasarme algo de su gran conocimiento, al Dr. Haro por sus sugerencias y ayuda en la mejora de esta investigación y al Dr. Francisco por sus comentarios y soporte sobre todo en el microscopio electrónico, así como al personal y alumnos que me apoyaron en algún paso de este trabajo.

Quiero agradecer el apoyo institucional y económico al CONACYT, a la Universidad Autónoma de Nuevo León, a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica y al Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología.

Dedico esta Tesis a:

A mis tres pilares: Paco, Natalia y Sofía

A mis padres Cruz y Rosy

Planteamiento del problema

El estudio de las transformaciones microestructurales y el cambio en las propiedades mecánicas que ocurren en las aleaciones resistentes al calor durante el envejecimiento, así como su comportamiento, es muy importante para las empresas fabricantes de las mismas y para las industrias usuarias tales como la petroquímica y del acero, así como para las empresas fabricantes de las mismas, ya que a partir de estos estudios los fabricantes pueden desarrollar nuevos productos de calidad mejorada.

La información disponible acerca de las aleaciones resistentes al calor distintas de las aleaciones HP (25Cr-35Ni), las cuales son las más utilizadas en la industria petroquímica, es limitada, como es el ejemplo de la aleación HR32 (18Cr-37Ni) utilizada para este estudio, por lo que es importante crear un mapa de propiedades y comportamiento de estas aleaciones bajo diferentes condiciones y composiciones químicas de utilidad para esta industria.

Además, no existe evidencia del comportamiento a tiempos cortos de tratamiento térmico de envejecimiento, ni a temperaturas superiores a los 750°C, que ayude a determinar el momento en que se inicia la precipitación de carburos secundarios y su **degradación** y como afecta el comportamiento mecánico de estas aleaciones.

Objetivos particulares:

- Caracterización microestructural y mecánica mediante microscopía óptica, electrónica de barrido y microdureza de la aleación HR32 (18Cr-37Ni) en su condición de **vaciado**.
- Analizar las transformaciones microestructurales y el cambio en la microdureza que ocurren en la aleación HR32 al someterse a **tratamientos térmicos de envejecimiento** a 750 y 950°C **durante diferentes periodos de tiempo**, desde 2 hasta 1024 horas de tratamiento.
- Comparar los resultados obtenidos en la aleación HR32 (18Cr-37Ni) con aleaciones similares.

Preguntas de la investigación:

1. ¿Cómo se afecta la microestructura de la aleación HR32 (18Cr-37Ni) resistente al calor cuando es sometida a tratamiento térmico de envejecimiento, sobre todo durante cortos periodos de tiempo?
2. ¿Cuál es el efecto del incremento en la temperatura de tratamiento térmico en la microestructura y dureza del material?
3. ¿Existe diferencia en el comportamiento microestructural y mecánico de los aceros resistentes al calor debido a su composición química y proceso de fabricación?

Hipótesis

Las transformaciones mecánicas y metalográficas ocurren desde las primeras horas del tratamiento térmico de envejecimiento para 750 y 950°C. El incremento en la temperatura acelera la precipitación de carburos secundarios y la transformación de los carburos primarios. Existe diferencia en el comportamiento microestructural y mecánico en las aleaciones resistentes al calor debido a la composición química y proceso de fabricación, sin embargo, pudiera haber algunas transformaciones metalúrgicas en esta aleación similares a las que se presentan en otras aleaciones resistentes al calor.

Tabla de Contenido

RESUMEN.....	9
CAPÍTULO 1	
INTRODUCCIÓN.....	10
CAPÍTULO 2	
REVISION BIBLIOGRAFICA	12
2.1 ACEROS INOXIDABLES	12
2.1.1 Designación y clasificación de los aceros inoxidables	13
2.1.2 Aceros inoxidables ferríticos.....	15
2.1.3 Aceros inoxidables austeníticos	16
2.1.4 Aceros inoxidables martensíticos	17
2.1.5 Aceros inoxidables dúplex.....	17
2.1.6 Aceros inoxidables endurecidos por precipitación (PH).....	18
2.2 MATERIALES RESISTENTES AL CALOR.....	19
2.2.1 Aceros resistentes al calor y corrosión	20
2.2.2 Designación y composición	21
2.2.3 Aceros resistentes a la corrosión.....	22
2.2.4 Aceros resistentes al calor	23
2.2.5 Uso de aleaciones resistentes al calor	25
2.2.6 Hornos de tratamiento térmico	26

2.3	TRATAMIENTO TÉRMICO EN ALEACIONES RESISTENTES AL CALOR.....	27
2.3.1	Tratamiento de envejecimiento.....	28
2.4	MICROESTRUCTURA DE ALEACIONES RESISTENTES AL CALOR... ..	28
2.5	FASES PRESENTES EN ALEACIONES RESISTENTES AL CALOR.	30
2.5.1	Fase gama prima γ'	31
2.5.2	Gama segunda prima γ''	33
2.5.3	Fase Eta η o fase G	33
2.5.4	Carburos	33
2.5.5	Carburos MC	34
2.5.6	Carburos $M_{23}C_6$	35
2.5.7	Carburos M_6C	35
2.5.8	Carburos M_7C_3	36
2.5.9	Boruros	37
2.5.10	Fase Laves	38
2.5.11	Fase sigma σ	39
2.5.12	Fase mu μ	39
2.5.13	Nitruros MN.....	39
2.5.14	Fase Chi χ	40
2.5.15	Fase Delta Ni_3Nb (δ)	40
2.5.16	Otras fases encontradas	41
2.6	PROBLEMAS DE CORROSIÓN PRESENTADOS EN TRATAMIENTO TÉRMICO.....	41
2.6.1	Oxidación	42
2.6.2	Carburización	42

2.6.3	Carburización catastrófica (metal dusting).....	43
2.6.4	Sulfitación	44
2.6.5	Corrosión por sales fundidas	44
2.6.6	Corrosión por metal fundido	44
CAPÍTULO 3		
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL		45
3.1	MATERIAL.....	45
3.2	DIAGRAMA EXPERIMENTAL	46
3.3	METODOLOGÍA.....	47
3.4	CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	49
3.4.1	Preparación metalográfica.....	49
3.4.2	Microscopía óptica	49
3.4.3	Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	50
3.4.4	Caracterización de microdureza	53
3.5	ANÁLISIS DE IMAGEN.....	54
CAPÍTULO 4		
RESULTADOS Y DISCUSIÓN		56
4.1	CARACTERIZACIÓN DE LA ALEACIÓN HR32 EN CONDICIÓN DE VACIADO	56
4.1.1.	Microscopía óptica	56
4.1.2.	Microscopía electrónica.....	58
4.1.3.	Espectroscopía de rayos X (EDX)	60
4.2	CARACTERIZACIÓN DE LA ALEACIÓN HR32 ENVEJECIDA A 750°C POR DISTINTOS PERIODOS DE TIEMPO HASTA COMPLETAR 1024h. ...	64
4.2.1	Microscopía óptica	64
4.2.2	Microscopía electrónica.....	68

4.2.3	Espectroscopía de rayos X (EDX)	70
4.2.4	Análisis de imagen	79
4.2.5	Caracterización de microdureza	81
4.3	CARACTERIZACIÓN DE LA ALEACIÓN HR32 ENVEJECIDA A 950°C POR DISTINTOS PERIODOS DE TIEMPO HASTA COMPLETAR 1024h.	83
4.3.1.	Microscopía óptica	83
4.3.2	Microscopía electrónica	87
4.3.3	Espectroscopía de rayos X.....	89
4.3.4	Análisis de imagen	93
4.3.5	Caracterización de microdureza	94
CAPÍTULO 5		
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		97
REFERENCIAS		100
LISTA DE FIGURAS.....		102
LISTA DE TABLAS		108

RESUMEN

Se estudió el efecto del envejecimiento a 750 y 950°C en la aleación HR32 (18Cr-37Ni) con periodos de incremento de tiempo desde 2h hasta alcanzar las 1024 h. La caracterización de la aleación se realizó mediante microscopía óptica y electrónica de barrido, espectroscopía de rayos X (EDX), además de ensayos de microdureza. La caracterización de metal base mostró una microestructura dendrítica compuesta de una matriz de austenita con una red de carburos primarios interdendríticos del tipo M_7C_3 y NbC. Posterior al envejecimiento a 750 y 950°C se encontró que desde periodos de tiempo muy cortos se percibe la precipitación de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ y conforme avanza el tiempo de envejecimiento, los carburos primarios de niobio se transforman a la fase intermetálica conocida como Fase G. Debido al incremento en la temperatura (750-950°C), se encontró que los carburos de niobio se empiezan a **disolver**, o entran en solución en la matriz y se observan precipitados finos en las fronteras de éstos.

Los resultados mostraron que el cambio en la microdureza de la aleación se debe primordialmente al incremento en tiempo de envejecido (desde 2-1024h) más que al cambio de temperatura de envejecido (750-950°C).

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones resistentes al calor son aceros inoxidable y en su condición de vaciado son destinados a usos a altas temperaturas. Su clasificación se ajusta a la nomenclatura de la Sociedad Americana de Fundidores de Acero (Steel Founders' Society of America, SFSA) [1], está constituida por la letra H seguida de otra letra que indica los contenidos nominales de cromo y níquel de la aleación y uno o dos dígitos relacionados al contenido de carbono (el porcentaje en peso multiplicado por cien) en la aleación. Las aleaciones están diseñadas para trabajar, ya sea en forma continua o intermitente, a temperaturas superiores a 650°C. El contenido de carbono se maneja dentro del intervalo de 0.3 a 0.6% en peso. La adición de carbono promueve mejores propiedades a alta temperatura, como es el aumento en la resistencia a la fractura en condiciones fluencia (creep).

La aleación HR32 es una clasificación de la empresa que la produce y de acuerdo a su composición química entra en el grupo de aleaciones hierro-cromo-níquel, en este grupo, los niveles de aleación se encuentran entre 23 y 41% de níquel y 15 a 28% de cromo. La austenita es la fase estable en estas aleaciones y exhiben una buena resistencia a alta temperatura, así como a esfuerzos de origen térmico y a fatiga térmica. Su resistencia a la corrosión tanto en ambientes oxidantes como reductores es alta.

La microestructura en su condición de metal base de este tipo de aleaciones está constituida de una matriz **austenítica**, en base a su

composición química y diversos tipos de carburos primarios. Las propiedades mecánicas de la aleación cambian con el tiempo al mantenerse a las condiciones de trabajo debido a múltiples fenómenos entre los que se encuentra la transformación de carburos primarios y la precipitación de carburos secundarios. Estos mecanismos **incrementan** la resistencia mecánica y dureza a costa de la drástica reducción en ductilidad. Los cambios microestructurales a tiempos largos de permanencia han sido documentados con anterioridad [12, 11, 13, 14, 15], pero queda la duda de los fenómenos que se presentan a tiempos cortos.

El propósito de esta investigación se enfoca en el efecto del envejecimiento a 750 y 950°C durante periodos cortos de tiempo hasta alcanzar 1024 horas de tratamiento en la aleación HR32. Para conocer el efecto del envejecimiento se analiza la evolución microestructural y sus efectos en la **microdureza** de la aleación. Para cumplir con este objetivo en el Capítulo 2 se presenta una revisión de los aceros inoxidables, designación y composición de aceros resistentes al calor y a la corrosión, así como las principales aplicaciones de este tipo de aleaciones, la microestructura que presentan bajo diferentes condiciones, así como los problemas más comunes que se presentan en servicio. En el Capítulo 3 se muestra el diseño experimental y una descripción de las técnicas de análisis utilizadas para la caracterización de la aleación en su condición de metal base y de las muestras después del tratamiento térmico de envejecimiento. Los resultados obtenidos para la aleación HR32 así como para el material envejecido se reportan y discuten en el Capítulo 4. Las conclusiones obtenidas de esta investigación, así como las recomendaciones para trabajos futuros se presentan en el Capítulo 5.

CAPÍTULO 2

REVISION BIBLIOGRAFICA

2.1 ACEROS INOXIDABLES

Los aceros inoxidable son aleaciones base hierro que contienen 11% de cromo mínimo aproximado, que es la cantidad mínima necesaria para prevenir la formación de herrumbre en atmósferas oxidantes [2]

Estos aceros reciben su característica de inoxidable debido a la formación de una película transparente de óxido rico en cromo que se encuentra adherida en la superficie, este óxido forma una protección ante la presencia de oxígeno (Ver **Figura 1**). Otros elementos que se agregan para mejorar características particulares incluyen el níquel, molibdeno, cobre, titanio, aluminio, silicio, niobio, nitrógeno, azufre y selenio. El carbono normalmente está presente en cantidades que van desde 0.03% hasta 1.0% en algunos grados martensíticos.

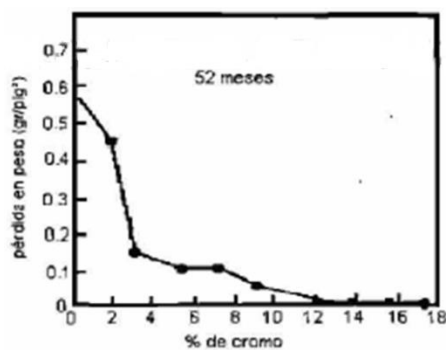


Figura 1 Influencia del cromo en la corrosión atmosférica de un acero de bajo carbono [3].

El acero inoxidable es ampliamente empleado en diferentes ramos industriales como los son: plantas químicas, procesamiento alimenticio, aplicaciones sanitarias, industria petroquímica, plantas textiles, y así como en la industria de la transportación y farmacéutica, etc. Dentro de los productos de acero inoxidable que se usan cotidianamente están los utensilios de cocina, cerraduras, cuchillería, artículos decorativos, entre otros.

2.1.1 Designación y clasificación de los aceros inoxidables

Generalmente los grados de aceros inoxidables en su condición de vaciado son asignados por el Instituto Americano de Hierro y Acero (AISI), por el Sistema de Numeración Unificado (UNS) o por el nombre del propietario de la aleación. La mayoría de los grados tienen una designación de tres dígitos:

- las series 200 y 300 generalmente son aceros inoxidables grado austenítico.
- la serie 400 son ferríticos o martensíticos.

La designación UNS incorpora AISI, además de los más nuevos desarrollos de acero inoxidable, esta designación consiste de una letra S, seguida de cinco números. Para las aleaciones que tienen un número AISI, los primeros tres dígitos de la designación UNS corresponden usualmente a los dígitos AISI. Cuando los últimos dígitos son 00, el grado de acero inoxidable es AISI básico. Las modificaciones a los grados básicos usan dos dígitos diferentes de cero. Para aceros inoxidables con altos contenidos de níquel (~25-35% Ni), la designación UNS se compone de una letra N seguida de cinco números.

Algunos grados tienen una o dos letras de sufijo que indican alguna modificación en la composición. La modificación de la composición química tiene como objetivo conseguir determinadas propiedades para ciertas aplicaciones, así como facilitar su fabricación. En la **Figura 2**, se toma como

referencia el acero inoxidable austenítico 304 y muestra una amplia gama de aceros inoxidables disponibles.

De acuerdo al ASM Handbook , Stainless Steel [2], Los aceros inoxidables se pueden dividir en cinco familias. Las primeras cuatro están basadas en sus características cristalográficas de estructura/microestructura de las aleaciones de la familia. Mientras que la quinta familia, la aleación se basa en el tipo de tratamiento térmico utilizado, en lugar de su microestructura.

- Ferrítica.
- Martensítica.
- Austenítica.
- dúplex (austenita más ferrita) .
- Endurecida por precipitación.

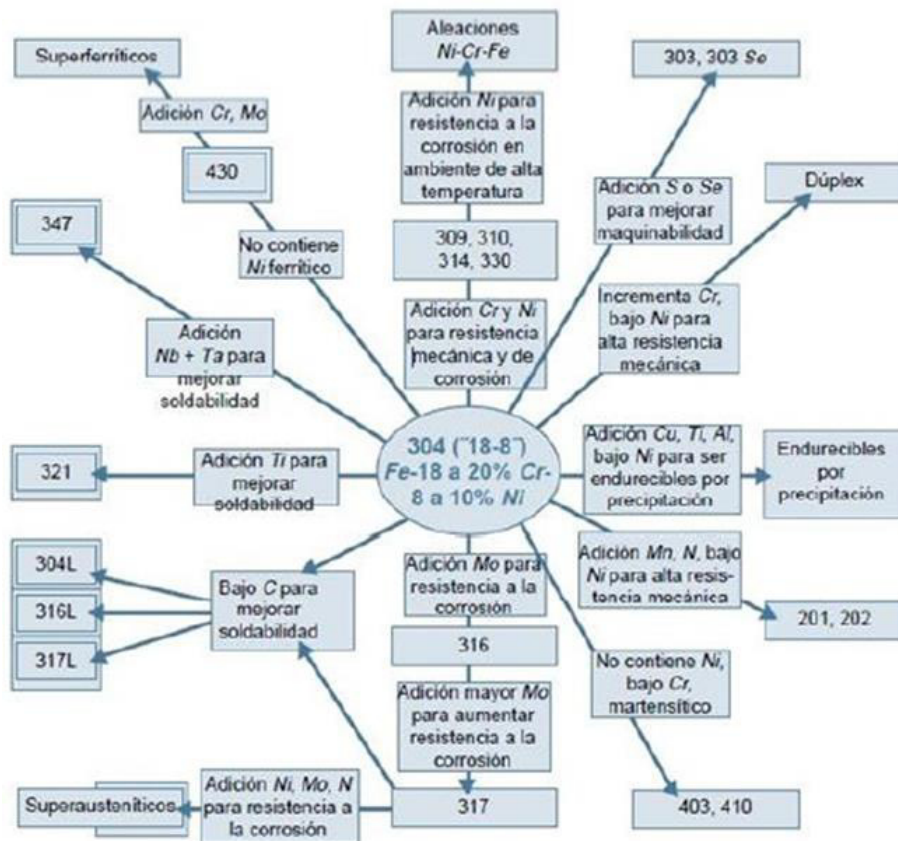


Figura 2 Relación de propiedades y composición en familias de aleaciones de aceros inoxidables [2].

2.1.2 Aceros inoxidables ferríticos

Los **aceros inoxidables ferríticos**, se llaman así debido a que presentan una estructura cúbica centrada en las caras (BCC), la cual es la misma que el hierro a temperatura ambiente. Estas aleaciones son magnéticas y no pueden ser endurecidas por tratamiento térmico. Generalmente, estas aleaciones no presentan altas resistencias, sus rangos de resistencia a la deformación (yield strenght) van de 275 a 350 MPa (40 a 50 ksi). Su pobre tenacidad y la susceptibilidad al límite de fractura limitan su fabricación. La mayor ventaja de este tipo de aleaciones radica en su resistencia a la fractura por corrosión en ambientes con ácido clorhídrico, corrosión atmosférica y su oxidación a costo relativamente bajo costo.

Los aceros inoxidables ferríticos entre 11 y 30% de cromo, con pocos contenidos de elementos que propician la formación de estructura austenítica, como son el carbono, nitrógeno y níquel. Su uso en general depende de su contenido de cromo.

Las aleaciones bajas en cromo (11%) tienen baja resistencia a la corrosión y buena fabricación a bajo costo (S40500 y S40900 son las más utilizadas); se usan principalmente en los sistemas del escape de automóviles.

Las aleaciones con contenido de cromo media (16 a 18%) son empleadas en automóviles y utensilios de cocina (S43000 y S43400), son poco manufacturables debido a su pobre tenacidad y soldabilidad.

Las aleaciones con alto contenido de cromo (19-30%), son aleaciones conocidas como superferríticas (S44200 y S44600) son usados para aplicaciones que requieren un alto nivel de resistencia a la corrosión y oxidación. Normalmente contienen molibdeno o aluminio y un bajo contenido de carbono.

2.1.3 Aceros inoxidables austeníticos

Los **aceros inoxidables austeníticos** constituyen la familia más amplia de inoxidables en términos de números de aleaciones y usos. Estos tampoco pueden endurecerse por tratamiento térmico. Las aleaciones austeníticas no son magnéticas, tienen una estructura cúbica centrada en las caras (FCC). Respecto al comportamiento mecánico, este tipo de aceros poseen una excelente ductilidad, formabilidad y tenacidad, aun a temperaturas criogénicas.

El níquel es el principal elemento utilizado para estabilizar la austenita, pero también se usan carbono y nitrógeno debido a su facilidad de solución en la estructura FCC. Un amplio rango de resistencia a la corrosión se puede alcanzar balanceando los elementos de formación de ferrita, como son el cromo y el molibdeno, con los elementos de formación de austenita.

Los aceros inoxidables austeníticos pueden subdividirse en dos categorías: aleaciones cromo-níquel (S30400 y S31600); y las aleaciones cromo-manganeso-nitrógeno (S20100 y S24100), el cual contiene menos contenido de níquel y mantiene la estructura austenítica con altos niveles de nitrógeno. El manganeso (5-20%) es necesario en estas aleaciones para incrementar la solubilidad del nitrógeno en la austenita e impedir la formación de martensita. Las aleaciones cromo-níquel tienen resistencia a la tensión de 200 a 275 MPa (30 a 40 ksi) en su condición de recocido, mientras que las aleaciones con alto contenido de nitrógeno tienen resistencias superiores a 500 MPa (70 ksi).

La resistencia a la corrosión es una propiedad que depende de la composición química de la aleación, ya que se adicionan elementos que promuevan un incremento en la resistencia a la corrosión, como es el caso del molibdeno, el cual se agrega para mejorar la resistencia a la corrosión en ambientes con cloruros. Aleaciones con altos contenidos de cromo son utilizados en ambientes oxidantes con aplicaciones de alta temperatura, mientras que grados con alto contenido de níquel se usan en ambientes severos reductores de ácido. Para prevenir corrosión intergranular después de

la exposición a elevadas temperaturas se usan titanio o niobio para estabilizar el carbono. Las aleaciones que contienen níquel, molibdeno (~6%) y nitrógeno (~0.20%) se refieren algunas veces como aleaciones superausteníticas.

2.1.4 Aceros inoxidables martensíticos

Los **aceros inoxidables martensíticos** son similares a las aleaciones hierro-carbono que son austenizadas, que se endurecen por templado y después revenidas para incrementar ductilidad y tenacidad. Estas aleaciones son magnéticas y su estructura después del tratamiento es tetragonal centrada en el cuerpo (BCT). Después del recocido tiene una resistencia a la tensión de 275 MPa (40 ksi) y normalmente se maquinan y se forman en frío o en caliente en esta condición.

La resistencia que se obtiene después del tratamiento térmico depende del contenido de carbono de la aleación. A mayor contenido de carbono mayor resistencia pero menor ductilidad y tenacidad. La aleación más comúnmente usada de esta familia es S41000 que contiene 12% Cr y 0.1%C, la cual es templada en una variedad de niveles de dureza desde 20 a 40 HRC.

La resistencia al desgaste también depende del contenido de carbono. La clave para una resistencia al desgaste adhesiva es una alta dureza, mientras que una resistencia al desgaste abrasivo requiere una alta dureza pero también un alto contenido de carburos.

2.1.5 Aceros inoxidables dúplex

Los **aceros inoxidables dúplex** son aleaciones cromo-níquel-molibdeno que están balanceadas para contener una mezcla de austenita y ferrita y por lo tanto también son magnéticos. Su estructura dúplex mejora su resistencia a la fractura provocada por corrosión, comparado con los aceros inoxidables

austeníticos, así como también presentan mejoras en ductilidad y tenacidad sobre los aceros inoxidable ferríticos. Sus rangos de resistencia a la tensión van de 550 a 690 MPa (80 a 100 ksi) en su condición de recocido, lo cual es casi el doble que cada fase de manera individual.

La adición de nitrógeno a estas aleaciones incrementa la cantidad de austenita en casi un 50%, además de esto, el nitrógeno mejora sus propiedades a la corrosión una vez soldado el material, tiene una mayor resistencia a la corrosión por ácido clorhídrico, y mayor tenacidad. La mejora en tenacidad probablemente esté relacionada a su mayor contenido de austenita, lo cual provoca tener productos más fuertes.

2.1.6 Aceros inoxidables endurecidos por precipitación (PH)

La quinta familia se refiere a **los aceros inoxidables endurecidos por precipitación (PH)**, los cuales son grado níquel-cromo y pueden ser endurecidos por un tratamiento de envejecimiento. Estos grados se clasifican en austeníticos, semiausteníticos o martensíticos. Esta clasificación es determinada por su microestructura. Algunos elementos de aleación como aluminio, titanio, niobio o cobre, son usados para alcanzar el envejecimiento.

Las aleaciones PH pueden alcanzar muy altas resistencias a la tensión con valores superiores a 1700 MPa (250 ksi), si se agrega un trabajo en frío antes del envejecimiento, estas resistencias pueden ser aún mayores. Los grados PH generalmente tienen buena ductilidad y tenacidad con una moderada a buena resistencia a la corrosión. Las aleaciones martensíticas presentan mejores combinaciones de resistencia. Esta mejora en las propiedades está relacionada a su alto contenido de cromo, níquel y molibdeno, así como su nivel controlado de carbono (0.04% máximo). El bajo contenido de carbono beneficia la tenacidad y la ductilidad, sin embargo afecta en la resistencia al desgaste de estas aleaciones.

2.2 MATERIALES RESISTENTES AL CALOR

Las aleaciones resistentes a altas temperaturas son materiales que proveen una fuerza, resistencia al medio ambiente, y una estabilidad en un rango de temperaturas que van desde los 260 a los 1200°C (500 a 2200°F). Estos son usados generalmente en presencia de combustión de fuentes de calor como son turbinas de motores, alternadores, plantas de poder, hornos, y equipos de control de contaminación. Para poder mantener su resistencia bajo estas condiciones, es imperativo que su microestructura se mantenga estable a altas temperaturas de operación.

Un mayor conocimiento de los efectos de las aleaciones, mejoras en las tecnologías de fundición y el desarrollo de procesos controlados de termodinámica ha llevado a la creación de nuevas y/o aleaciones mejoradas resistentes a altas temperaturas. La mayoría de estas aleaciones tienen suficientes cantidades de cromo (con o sin adiciones de aluminio o silicio) para formar capas de óxido protectoras como son la cromita (Cr_2O_3), alúmina (Al_2O_3) y/o sílica (SiO_2), las cuales proveen una resistencia a la degradación del medio ambiente. Sin embargo, estos óxidos no pueden proteger contra fallas por termofluencia (creep), fatiga mecánica o térmica, choques térmicos, fragilización. En condiciones de servicio, la falla de un materiales/componente es causado, típicamente, por la combinación de dos o más modos de ataque, los cuales aceleran sinérgicamente la degradación.

Cuando la severidad del medio ambiente al que estará expuesto el material en servicio impide el uso de hierros, aceros al carbono o aceros de baja aleación, materiales de mayor aleación como las superaleaciones o aceros inoxidables deben de ser considerados.

2.2.1 Aceros resistentes al calor y corrosión

Los aceros al carbono experimentan, con el incremento de temperatura, una disminución en la resistencia a la deformación, de manera que su temperatura de operación máxima es de 400°C, tratándose de atmósferas oxidantes, esta temperatura se limita a 500°C, debido a la difusión del oxígeno por la película de óxido. La operación de los aceros por arriba de estas temperaturas se obtiene mediante la adición de elementos de aleación como cromo, aluminio y silicio, que generan una película de óxido más tenaz que limita la difusión y cromo, molibdeno, vanadio y niobio, que en forma de solución sólida o como carburos imparten estabilidad e incrementan la resistencia a la deformación [4].

Para proporcionar una resistencia a la cedencia y a la fluencia a altas temperaturas se utilizan aceros austeníticos para condiciones de servicio por encima de los 550°C, ya que deben de ser estables y susceptibles de ser fabricados con diferentes formas de diseño.

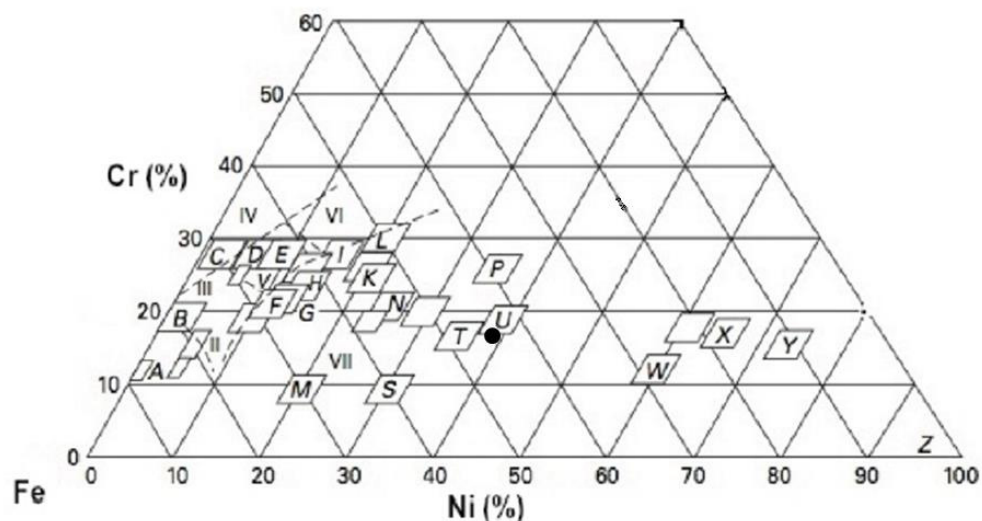
Los aceros inoxidables en su condición de vaciado se clasifican en aceros resistentes al calor y aceros resistentes a la corrosión. Los aceros resistentes a la corrosión operan en medios corrosivos a temperaturas por debajo de los 650°C (1200°F); mientras que los aceros resistentes al calor, operan a temperaturas por encima de los 600°C y también son resistentes a la corrosión.

Una de las principales diferencias entre los aceros resistentes al calor y resistentes a la corrosión es el contenido de carbono que hay en cada uno de ellos. Los aceros vaciados y los aceros trabajados presentan similar resistencia a la corrosión, por lo que con frecuencia se emplean en conjunto [5].

2.2.2 Designación y composición

La composición de los aceros inoxidables vaciados se desarrolló originalmente por el Instituto de Fundiciones Aleadas (Alloy Casting Institute, ACI; ahora Steel Founder's Society of America, SFSA) [1]. Los aceros inoxidables vaciados se clasifican por medio de letras y en ocasiones con números. La primera letra del sistema de designación identifica la aplicación de servicio previsto de la aleación. La letra C indica cuando se tiene un acero resistente a la corrosión y la letra H indica un acero con resistencia al calor. La segunda letra indica la composición nominal de cromo y níquel. El siguiente número o números indican el contenido máximo de carbono (X100). Finalmente si están otros elementos aleantes presentes se indican con otra letra.

La **Figura 3** muestra las áreas aproximadas de la microestructura que se espera a temperatura ambiente, donde también es posible encontrar carburos dependiendo de su contenido de carbono y su historial térmico.



I Martensita, **II** Martensita y Austenita sin transformar, **III** Ferrita + Martensita y Austenita sin transformar, **IV** Ferrita, **V** Ferrita + Austenita, **VI** Ferrita + Austenita + Fase σ , **VII** Austenita

- Aleación HR32

Figura 3 Contenidos nominales de cromo y níquel en aleaciones resistentes al calor y a la corrosión [6].

2.2.3 Aceros resistentes a la corrosión

Los aceros vaciados resistentes a la corrosión son muy utilizados en procesos químicos, en equipos para la generación de energía eléctrica (termoeléctricas), en donde se utilizan líquidos o vapores a temperaturas por debajo de 315°C. Estos se clasifican en base a su composición química (**Tabla 1**).

Tabla 1 Designación e intervalos de composición química para aceros resistentes a la corrosión [7].

Designación ACI	Especificación ASTM	C (max)	Mn (max)	Si (max)	Composición %	
					Cr	Ni
CA-6MMN	...	0.06	1.00	1.00	11.5 a 14	3.5 a 4.5
CA-15	410	0.15	1.00	1.50	11.5 a 14	1.0 max
CA-40	420	0.40	1.00	1.50	11.5 a 14	1.0 max
CB-7Cu-1	...	0.07	0.70	1.00	15.5 a 17.7	3.6 a 4.6
CB-7-Cu-2	...	0.07	0.70	1.00	14.0 a 15.5	4.5 a 5.5
CB-30	431	0.30	1.00	1.50	18.0 a 22.0	2.0 max
CC-50	446	0.50	1.00	1.50	36.0 a 30.0	4.0 max
CD-4Mcu	...	0.04	1.00	1.00	25.0 a 26.5	4.75 a 6.0
CE-30	312	0.30	1.50	2.00	26.0 a 30.0	8.0 a 11.0
CF-3	304L	0.03	1.50	2.00	17.0 a 21.0	8.0 a 12.0
CF-3M	316L	0.03	1.50	2.00	17.0 a 21.0	8.0 a 12.0
CF-8	304	0.08	1.50	2.00	18.0 a 21.0	8.0 a 11.0
CF-8C	347	0.08	1.50	2.00	18.0 a 21.0	9.0 a 12.0
CF-8M	316	0.08	1.50	2.00	18.0 a 21.0	9.0 a 12.0
CF-12M	316	0.12	1.50	2.00	18.0 a 21.0	9.0 a 12.0
CF-16F	303	0.16	1.50	2.00	18.0 a 21.0	9.0 a 12.0
CF-20	302	0.20	1.50	2.00	18.0 a 21.0	8.0 a 11.0
CG-8M	317	0.08	1.50	1.50	18.0 a 21.0	9.0 a 13.0
CH-20	309	0.20	1.50	2.00	22.0 a 26.0	12.0 a 15.0
CK-20	310	0.20	2.00	2.00	23.0 a 27.0	19.0 a 22.0
CN-7N	...	0.07	1.50	1.50	19.0 a 22.0	27.5 a 30.5

Generalmente, estas aleaciones tienen un bajo contenido de carbono, por debajo del 0.20%, pero en ocasiones incluso por niveles debajo del 0.03%. El contenido de cromo está por encima del 11%, mientras que el contenido de níquel puede variar del 1 al 30%, el cual adiciona mayor ductilidad y resistencia al impacto en la aleación, así como mayor resistencia a la corrosión en soluciones clorhídricas y en presencia de agentes oxidantes. La adición de molibdeno incrementa la resistencia al ataque por picadura (pitting) en soluciones clorhídricas. El tiempo de servicio de los aceros resistentes a la

corrosión depende de su pérdida de carbono así como de la precipitación de carburos.

2.2.4 Aceros resistentes al calor

Los aceros resistentes al calor están diseñados para trabajar, ya sea en forma continua o intermitente, a temperaturas por encima de 600°C. El contenido de carbono se maneja dentro del intervalo de 0.3 a 0.6%, el cual imparte mejores propiedades a alta temperatura, como es el aumento en la resistencia a la fractura en condiciones fluencia (creep). Los aceros resistentes al calor son muy similares a los aceros resistentes a la corrosión con la diferencia de los contenidos de carbono. En la **Tabla 2** se muestran las designaciones de los aceros resistentes al calor:

Tabla 2 Composición química de los aceros vaciados resistentes al calor [7].

Designación ACI	# UNS	ASTM especificaciones	Composición %			
			C	Cr	Ni	Si (max)
HA	...	A217	0.20 max	8 A 10	...	1.00
HC	J92605	A297, A608	0.50 max	26 a 30	4 max	2.00
HD	J93005	A297, A608	0.50 max	26 a 30	4 a 7	2.00
HE	J93403	A297, A608	0.20 a 0.50	26 a 30	8 a 11	2.00
HF	J92603	A297, A608	0.20 a 0.40	19 a 23	9 a 12	2.00
HH	J93503	A297, A608	0.20 a 0.50	24 a 28	11 a 14	2.00
HI	J94003	A297, A567, A608	0.20 a 0.50	26 a 30	14 a 18	2.00
HK	J94224	A297, A351, A567, A608	0.20 a 0.60	24 a 28	18 a 22	2.00
HL	J94604	A297, A608	0.20 a 0.60	28 a 32	18 a 22	2.00
HN	J94213	A297, A608	0.20 a 0.50	19 a 32	23 a 27	2.00
HP	...	A297	0.35 a 0.75	24 a 28	33 a 37	2.00
HP-50WZ	0.45 a 0.55	24 a 28	33 a 37	2.50
HT	J94605	A297, A351, A567, A608	0.35 a 0.75	13 a 17	33 a 37	2.50
HU	...	A297, A608	0.35 a 0.75	17 a 21	37 a 41	2.50
HW	...	A297, A608	0.35 a 0.75	10 a 14	58 a 62	2.50
HX	...	A297, A608	0.35 a 0.75	15 a 19	64 a 68	2.50

Las aleaciones se pueden clasificar en base a su estructura. De esta forma, los grados HA a HC, con 8 a 30% de cromo y hasta 4% de níquel, son ferríticas, los grados HD, HE, HF y HH exhiben estructuras dúplex de ferrita y austenita. Los grados HK a HX son totalmente austeníticos. Se acepta también una clasificación basada en el orden de los principales aleantes:

- Hierro-cromo.
- Hierro-cromo-níquel.
- Hierro-níquel-cromo.
- Níquel-hierro-cromo.

Se consideran como aleaciones hierro-cromo a los grados HA, HC y HD, aunque sólo el primero de ellos es totalmente hierro-cromo; los otros dos grados contienen de 26 al 30% de cromo y hasta un 7% de níquel. Estos grados se utilizan en ambientes sulfurados en los que la resistencia a alta temperatura es secundaria.

Las aleaciones hierro-cromo-níquel contienen de 18 a 32% de cromo y entre 8 y 22% de níquel incluyen a los grados HE, HF, HH, HI, HK y HL. Aunque estos grados son considerados como austeníticos, las condiciones de solidificación, sobre todo con bajos contenidos de níquel, inducen a formar algo de ferrita, que, con el paso del tiempo a altas temperaturas puede transformar a σ . La resistencia mecánica a las altas temperaturas de trabajo de estas aleaciones es superior a la del grupo anterior. Las resistencias a la fractura y a la fluencia se incrementan conforme aumenta el contenido de níquel.

Los grados HN, HP, HT y HU constituyen el grupo de aleaciones hierro-níquel-cromo. Los niveles de aleación se encuentran entre 23 y 41% de níquel y 15 a 28% de cromo. La austenita en estas aleaciones es la fase estable y exhiben una buena resistencia a alta temperatura, así como a esfuerzos de origen térmico y a fatiga térmica. Su resistencia a la corrosión tanto en ambientes oxidantes como reductores es alta.

Los grados HX y HW forman parte del grupo níquel-hierro-cromo. Las aleaciones contienen entre 58 y 68% de níquel y entre 10 y 19% de cromo y, aunque se denominan como aceros de alta aleación, una descripción más correcta sería la de denominarlos aleaciones base níquel. Estos materiales exhiben una resistencia mecánica moderada a alta temperatura, pero adolecen de una baja resistencia a la fatiga. Estos grados presentan la mayor resistencia a la carburización de las aleaciones comerciales.

2.2.5 Uso de aleaciones resistentes al calor

Para aplicaciones a altas temperaturas, es importante una buena selección del material a usar, principalmente por razones de seguridad y económicas [8]. Entre las principales aplicaciones en las cuales se utilizan materiales resistentes al calor, se encuentran:

- Partes para hornos y aditamentos.
- Elementos resistentes al calentamiento.
- Pilas termoeléctricas.
- Herramientas de trabajo a altas temperaturas.
- Chumaceras de altas temperaturas.
- Componentes usados en plantas petroquímicas y de refinación de petróleo.
- Equipo de generación de energía.
- Equipo de control de emisiones.
- Componentes aeroespaciales.

A continuación se detallan las aplicaciones en hornos de tratamiento térmico, que son las más utilizadas para el material objeto de esta investigación:

2.2.6 Hornos de tratamiento térmico

Las partes que se usan en hornos de tratamiento térmico se dividen en dos categorías. La primera consiste en piezas que entran y salen del horno y que, por lo tanto, están sujetas al choque térmico y/o mecánico, como: bandejas, aditamentos, cadenas y cintas de la banda transportadora, piezas usadas para temple. La segunda comprende partes que se quedan en el horno con un menor choque térmico o mecánico como: vigas de soporte, tubos de combustión, tubos de radiación, quemadores, pozos térmicos, rodillos y polines de rieles, rodillos de banda transportadora, vigas móviles, retorta rotatoria, retorta para horno de foso, abanicos.

Las aleaciones resistentes al calor pueden ser fabricadas en condición de vaciado (cast) o trabajado (wrought). Las propiedades y el costo pueden variar aun cuando la composición química sea similar.

La gran mayoría de los hornos de tratamiento térmico usan aleaciones hierro-cromo-níquel o hierro-níquel-cromo ya que las aleaciones hierro-cromo no tienen suficiente resistencia a la deformación a altas temperaturas. Las aleaciones base níquel tienen una mejorada resistencia a la fractura por fluencia (creep) y resistencia a la corrosión.

En general, estos materiales contienen hierro, níquel y cromo como los principales elementos de aleación; carbono, silicio y manganeso también afectan la fundición, las características de rolado y sus propiedades a altas temperaturas. El níquel mejora la resistencia a la deformación a altas temperaturas, así como la tenacidad. El cromo incrementa la resistencia a la oxidación mediante la capa protectora que forma en la superficie. Un incremento en el contenido de carbono incrementa la resistencia a la deformación.

Algunas aleaciones usadas en tratamiento térmico incluyen Haynes 230 (UNS NO6230) y 556 (UNS R30556), Inconel 617 (UNS N06617). Estas aleaciones normalmente se refieren a endurecidas por solución sólida y usan

molibdeno y/o tungsteno para incrementar su resistencia. También se incrementa su dureza con la presencia de carburos.

Las aleaciones que comúnmente se utilizan en partes para hornos presentan una estructura austenítica, principalmente. Las aleaciones hierro-cromo-níquel (HF, HH, HI, HK y HL) pueden contener algo de ferrita, lo cual produce que al estar expuestas a temperaturas en un rango de 540 a 900°C (1000 a 1650°F), esta composición se pueda convertir a la fase frágil σ . Esto puede ser evitado usando las proporciones adecuadas de níquel, cromo, carbono y algunos otros elementos menores. Cromo y silicio promueven la formación de ferrita, mientras que níquel, carbono y manganeso benefician la formación de austenita. El uso de estas aleaciones se limita a aplicaciones donde la temperatura es estable y fuera del rango de formación de la fase σ .

Las aleaciones hierro-níquel-cromo son completamente austeníticas y contienen mayor cantidad de carburos primarios de cromo, y después de su exposición a altas temperaturas se precipitan carburos finos. Estas aleaciones son más fuertes que las aleaciones hierro-cromo-níquel y menos caras.

La expectativa de vida de los aditamentos se mide en ciclos en lugar de horas, sobre todo si las piezas son sometidas a temple. Es más económico reemplazar las piezas después de ciertos ciclos a esperar a que éstas se fracturen por el uso. La expectativa de vida de las piezas que cubren ciclos de temperatura ambiente a altas temperaturas es menor a aquellas que mantienen su uso a temperaturas constantes. Las partes de hornos para carburizado duran menos que aquellas usadas para hornos de recocido.

2.3 TRATAMIENTO TÉRMICO EN ALEACIONES RESISTENTES AL CALOR

El tratamiento térmico en aleaciones resistentes al calor sirve para producir cambios en sus condiciones físicas, propiedades mecánicas y niveles

de esfuerzos residuales y para restablecer su resistencia a la corrosión máxima cuando esta propiedad ha sido afectada por procesos de fabricación o calentamiento. Frecuentemente, una combinación de una resistencia a la corrosión satisfactoria y propiedades mecánicas óptimas se obtienen en el mismo tratamiento térmico [5].

2.3.1 Tratamiento de envejecimiento

Los tratamientos de envejecimiento provocan el precipitado de una o más fases de la matriz súper saturada que se desarrolla por el tratamiento de solución. Los factores que se toman en cuenta para la selección de pasos del envejecimiento y las temperaturas incluyen:

- Tipo y número de fases precipitadas disponibles.
- Temperatura de servicio.
- Tamaño de precipitados.
- La combinación de resistencia a la deformación y ductilidad deseada.
- Tratamiento térmico de aleaciones similares.

2.4 MICROESTRUCTURA DE ALEACIONES RESISTENTES AL CALOR

Las aleaciones resistentes al calor están diseñadas para ser usadas por encima de los 600°C. En general, presentan una matriz austenítica (fase γ) y contienen una amplia variedad de fases secundarias, las más comunes son carburos metálicos (MC , $M_{23}C_6$, M_6C y M_7C_3) y γ' . Otras fases, generalmente no deseables, pueden ser observadas debido a las variaciones en la composición, procesamiento o a la exposición a altas temperaturas, algunas de ellas son la fase ortorrómbica δ (Ni_3Nb), fase σ , laves, y la fase con empaquetamiento hexagonal η (Ni_3Ti). Los nitratos también es común observarlos, así como los boruros pueden estar presentes en algunas

aleaciones. La **Tabla 3** muestra el efecto de los elementos aleantes en las aleaciones resistentes al calor.

Tabla 3 Efecto de elementos en aleaciones resistentes al calor [9].

Effect(a)	Iron-base	Cobalt-base	Nickel-base
Solid-solution strengtheners	Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta
Face-centered cubic matrix stabilizers	C, W, Ni	Ni	...
Carbide form:			
MC	Ti	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb
M ₇ C ₃	...	Cr	Cr
M ₂₃ C ₆	Cr	Cr	Cr, Mo, W
M ₆ C	Mo	Mo, W	Mo, W
Carbonitrides: M(CN)	C, N	C, N	C, N
Promotes general precipitation of carbides	P
Forms γ' Ni ₃ (Al,Ti)	Al, Ni, Ti	...	Al, Ti
Retards formation of hexagonal η (Ni ₃ Ti)	Al, Zr
Raises solvus temperature of γ'	Co
Hardening precipitates and/or intermetallics	Al, Ti, Nb	Al, Mo, Ti(b), W, Ta	Al, Ti, Nb
Oxidation resistance	Cr	Al, Cr	Al, Cr
Improves hot corrosion resistance	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Sulfidation resistance	Cr	Cr	Cr
Improves creep properties	B	...	B
Increases rupture strength	B	B, Zr	B(c)
Causes grain-boundary segregation	B, C, Zr
Facilitates working	...	Ni ₃ Ti	...

(a) Not all these effects necessarily occur in a given alloy. (b) Hardening by precipitation of Ni₃Ti also occurs if sufficient nickel is present. (c) If present in large amounts, borides are formed.

La mayoría de las aleaciones resistentes al calor base Fe-Ni-Cr (normalmente se les llama como base hierro-níquel, aunque contienen gran cantidad de cromo) contienen al menos 10% Fe, pero generalmente del 10 al 55%. Las aleaciones base Fe-Ni-Cr en su condición de vaciado no tienen reforzada la fase γ' . Las más importantes de estas aleaciones son aquellas que contienen una matriz austenítica reforzadas por la fase γ' . Otras aleaciones base Fe-Ni-Cr, como el Inconel 718, que contienen menores cantidades de hierro, tienen adiciones de niobio y tantalio para obtener el reforzamiento de γ'' . Algunos otros grupos de estas aleaciones contienen altos contenidos de carbono y es reforzada por la presencia de carburos, nitratos, carbonitruros y por endurecimiento de solución sólida (Ver **Figura 4**).

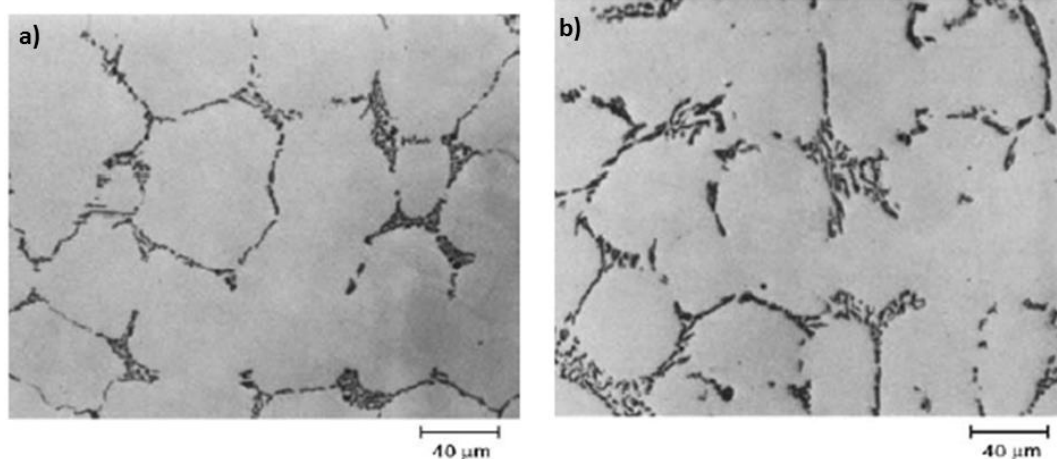


Figura 4 Diferencias en contenidos de carbono a) Aleación HT-44 en su condición de vaciado muestra una matriz austenítica con carburos eutécticos que se encuentran en los límites de las dendritas originales (250X), b) Aleación HT-57 en su condición de vaciado, es similar a la imagen a), pero al tener mayor contenido de carbono provoca tener mayor contenido de carburos eutécticos (250X) [9].

Las aleaciones resistentes al calor base níquel son básicamente de dos tipos: las endurecidas por solución sólida y las endurecidas por precipitación. Las aleaciones de solución sólida contienen pocas o nulas cantidades de aluminio, titanio y niobio; las aleaciones endurecidas por precipitación contienen grandes porcentajes de aluminio y titanio y solo pocas contienen cantidades considerables de niobio.

2.5 FASES PRESENTES EN ALEACIONES RESISTENTES AL CALOR

Los microconstituyentes observados en las aleaciones resistentes al calor base níquel o níquel-hierro es idéntica con muy pocas excepciones. Presentan una matriz austenítica (fase γ) que es reforzada por la aleación de solución sólida y la precipitación de carburos. La mayoría de las fases tienen algún grado de solubilidad de otros elementos, por lo que su verdadera composición varía de aleación a aleación y puede ser alterada por el tratamiento térmico. La **Tabla 4** muestra un resumen de los constituyentes de

segunda fase que normalmente se encuentran en las aleaciones resistentes al calor.

2.5.1 Fase gama prima γ'

La principal fase de endurecimiento en la mayoría de las aleaciones base níquel y níquel-hierro es la fase gama prima γ' ; el parámetro de red de la estructura cristalina varía de 0 a 0.5% en tamaño de la matriz austenítica; la forma puede ser esférica o cúbica; el tamaño puede variar con el tiempo de exposición y la temperatura (Ver **Figura 5**).

La fracción de volumen de γ' se incrementa con la adición de aluminio y titanio pero las cantidad de cada uno debe de ser controlada cuidadosamente ya que contenidos por encima del 45% γ' tiende a dificultar la deformación por trabajo en frío y caliente. En las aleaciones base Fe-Ni-Cr, la fracción de volumen de γ' es menos del 20% y usualmente es esférica, en estas aleaciones, los precipitados por envejecimiento de γ' se presentan de manera uniforme a través de la matriz y los carburos $M_{23}C_6$ precipitan en los límites de grano.

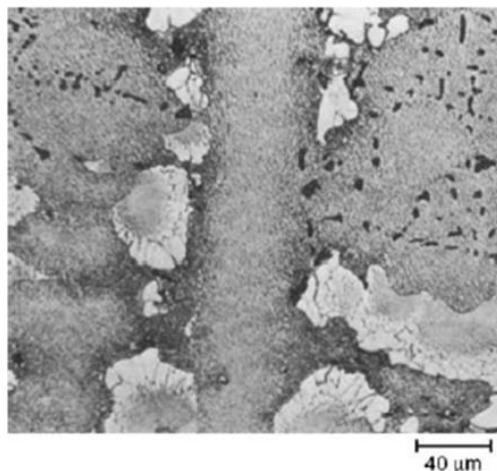


Figura 5 TRW-NASA VI A en su condición de vaciado, los bloques claros constituyen la fase primaria γ' , los puntos negros son partículas de carburos, mientras que las áreas moteadas grises son γ' precipitada en la matriz de solución sólida γ . Magnificación 200X [9].

Tabla 4 Fases presentes en aleaciones resistentes al calor [9].

Phase	Crystal structure(s)	Lattice parameter(b), nm	Formula
γ'	fcc (ordered, $L1_2$)	0.3561 for pure Ni_3Al to 0.3568 for $Ni_3(Al_{0.5}Ti_{0.5})$	$NiAl$ $Ni_3(Al, Ti)$
η	hcp (DO_{24})	$a_0 = 0.5093$ $c_0 = 0.8276$	Ni_3Ti (no solubility for other elements)
γ'	bct (ordered DO_{22})	$a_0 = 0.3624$ $c_0 = 0.7406$	Ni_3Nb
Ni_3Nb (δ)	Orthorhombic (ordered Cu_3Ti)	$a_0 = 0.5106-0.511$ $b_0 = 0.421-0.4251$ $c_0 = 0.452-0.4556$	Ni_3Nb
MC	Cubic	$a_0 = 0.430-0.470$	TiC NbC HfC
$M_{23}C_6$	fcc	$a_0 = 1.050-1.070$ (varies with composition)	$Cr_{23}C_6$ $(Cr, Fe, W, Mo)_{23}C_6$
M_6C	fcc	$a_0 = 1.085-1.175$	Fe_3Mo_3C Fe_3W_3C - Fe_3W_2C Fe_3Nb_3C - Nb_3CO_3C Ta_3Co_3C - Cr_7C_3 Cr_7C_3
M_7C_3	Hexagonal	$a_0 = 1.398$ $c_0 = 0.4523$	
M_3B_2	Tetragonal	$a_0 = 0.560-0.620$ $c_0 = 0.300-0.330$	Ta_3B_2 V_3B_2 - Nb_3B_2 $(Mo, Ti, Cr, Ni, Fe)_3B_2$ Mo_2FeB_2
MN	Cubic	$a_0 = 0.4240$	TiN $(Ti, Nb, Zr)N$ $(Ti, Nb, Zr)(C, N)$ ZrN NbN Co_7W_6 $(Fe, Co)_7(Mo, W)_6$
μ	Rhombohedral	$a_0 = 0.0475$ $c_0 = 2.577$	
Laves	Hexagonal	$a_0 = 0.475-0.495$ $c_0 = 0.770-0.815$	Fe_2Nb Fe_2Ti Fe_2Mo Co_2Ta Co_2Ti
σ	Tetragonal	$a_0 = 0.880-0.910$ $c_0 = 0.450-0.480$	FeCr FeCrMo CrFeMoNi CrCo CrNiMo

2.5.2 Gama segunda prima γ''

La fase gama segunda γ'' se encuentra en aleaciones base hierro-níquel que contienen niobio. Es la principal fase de endurecimiento en la introducción del Inconel 718. Sus precipitados son partículas coherentes con forma de disco que se forman en el plano (100); se considera una fase metaestable.

2.5.3 Fase Eta η o fase G

Se encuentra en las aleaciones base hierro, níquel y cobalto con altas relaciones de titanio y aluminio después de grandes periodos de exposición. La fase Eta no es soluble para otros elementos y puede crecer más rápidamente y formar partículas más grandes que la fase γ' . Pueden formar intergranulares en la forma de la célula o como plaquetas (platelets) no circulares con un patrón Widmanstätten.

2.5.4 Carburos

Los carburos son importantes constituyentes que están presentes en todas las aleaciones resistentes al calor en su condición de vaciado. Existen cuatro tipos de carburos básicos: MC , $M_{23}C_6$, M_6C y M_7C_3 (donde la "M" representa uno o más elementos metálicos). Los carburos en estas aleaciones sirven para tres principales funciones:

- Los carburos en los límites de grano, cuando se forman apropiadamente, le dan mayor resistencia al límite de grano, previenen o retardan el deslizamiento de los límites de grano y permiten una relajación de esfuerzos.
- Si carburos finos se precipitan en la matriz, se obtienen mayores resultados de endurecimiento.
- Los carburos pueden retener algunos elementos que de otra manera pudieran promover una fase de inestabilidad durante el servicio.

2.5.5 Carburos MC

Los carburos tipo MC normalmente es más frecuente que sea titanio, ya que los carburos de titanio tienen alguna solubilidad en nitrógeno, zirconio y molibdeno. Aparecen en forma globular, partículas de forma irregular que se pueden ver en tonos grises o lavanda con ciertos ataques químicos, los elementos “M” también pueden ser el tantalio, niobio, hafnio, torio o zirconio, pero es menos frecuente (Ver **Figura 6**).

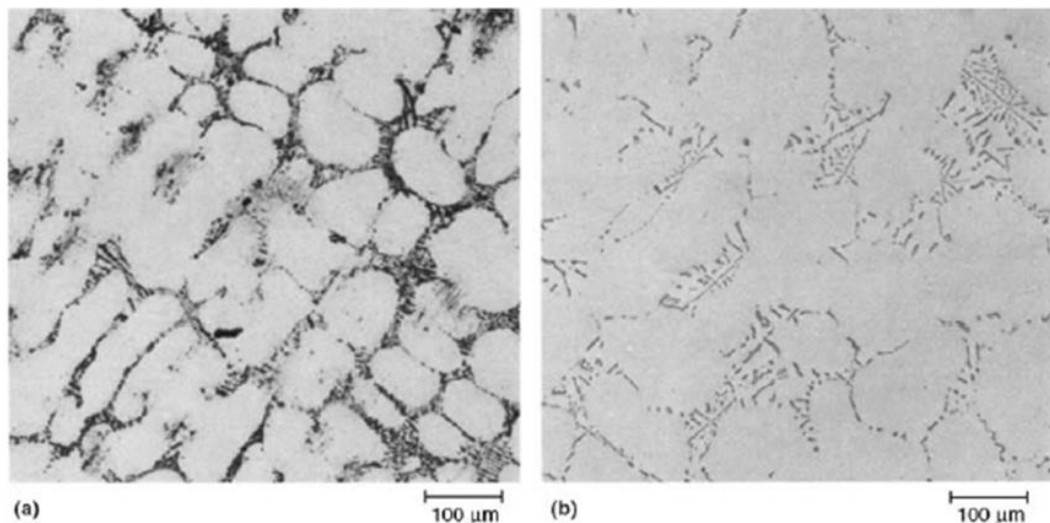


Figura 6 Aleación 713C a) Lingote en su condición de vaciado muestra una estructura de matriz y de solución sólida con carburos MC en un arreglo dendrítico b) En su condición de vaciado, el arreglo de MC es un patrón interdendrítico y una matriz de solución sólida de γ [9].

2.5.6 Carburos $M_{23}C_6$

Este carburo se forma en los límites de grano durante el envejecimiento, y cuando se forma apropiadamente, incrementa la resistencia del límite de grano para balancear la resistencia de la matriz. La forma en que precipita es importante, puede ser como películas, glóbulos, plaquetas (platelets), laminillas y como células. El elemento “M” es usualmente cromo, pero níquel-cobalto, hierro, molibdeno o tungsteno pueden sustituirlo (Ver **Figura 7**).

El envejecimiento de las aleaciones base Fe-Ni-Cr y base níquel causa que los carburos $M_{23}C_6$ se formen. La situación óptima es una cadena de partículas $M_{23}C_6$ en forma globular en los límites de grano. Esta forma beneficia la vida por fractura de fluencia (creep). Sin embargo, si los carburos precipitan como películas continuas a través de los límites de grano, las propiedades del material pueden ser seriamente afectadas.

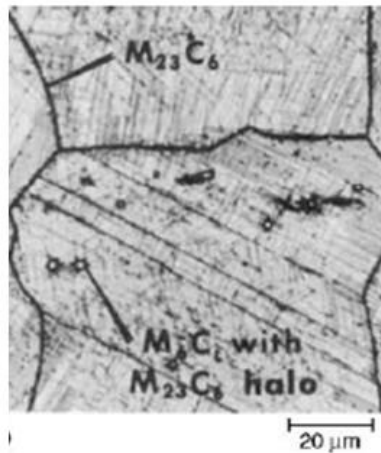


Figura 7 Haines 25 en una solución de recocido a 1205°C (2200°F) y con envejecimiento por 3400h a 650°C (1200°F), la estructura muestra carburos $M_{23}C_6$ y M_6C en una mezcla de matriz FCC y hexagonal [9].

2.5.7 Carburos M_6C

Los carburos M_6C es rico en molibdeno o tungsteno, también hay algo de solubilidad para cromo, níquel-niobio, tantalio y cobalto. Se observan más comúnmente en aleaciones base níquel y base cobalto con altos contenidos de

molibdeno y/o tungsteno. Los carburos se encuentran distribuidos de manera aleatoria en la matriz en condiciones de vaciado de las aleaciones, una vez que se somete a calentamiento el material, éstos se disuelven. También se precipitan en los límites de grano en forma de bloques o intragranulares con un patrón Widmanstätten (Ver **Figura 8**).

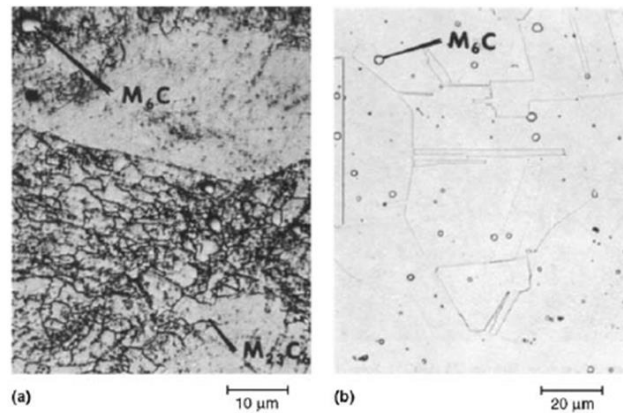


Figura 8 Haynes 188, a) Rolado en frío y calentada a 815°C (1500°F) durante una hora, la estructura parcialmente recrystalizada contiene carburos $M_{23}C_6$ y M_6C en una matriz FCC, b) Rolado en frío y sometida a un recocido a 1175°C (2150°C) durante 10 min, la estructura completamente recocida consiste en partículas M_6C en una matriz FCC [9].

2.5.8 Carburos M_7C_3

Generalmente se observa con forma de bloque intergranular; solo ha sido observada en aleaciones como Nimonic 80 después de exposiciones por arriba de 1000°C (1830°F) y en algunas aleaciones base cobalto. Se agregan elementos como cobalto, molibdeno, tungsteno en las aleaciones base níquel para evitar la formación de carburos M_7C_3 ya que en los procesos de envejecimiento impide la formación de los carburos $M_{23}C_6$ ya que previamente se forman los M_7C_3 .

El carburo Cr_7C_3 aparece en aleaciones Fe-Cr-Ni con altos contenidos de carbono en forma de cristales con espigas. En aleaciones con contenidos de

0.20 a 0.75%C, el carburo Cr_7C_3 parece ser un carburo eutéctico (Ver **Figura 9**).

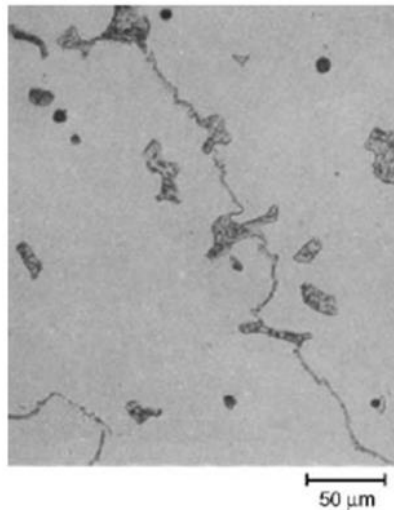


Figura 9 Aleación base cobalto Haynes 21, en su condición de vaciado, la estructura consiste en carburos primarios M_7C_3 en una matriz α (FCC) [9].

2.5.9 Boruros

El boro se agrega en pequeñas cantidades a las aleaciones resistentes al calor para mejorar las propiedades a la fluencia (creep) y a la fractura por esfuerzo, además de que retarda la formación de la fase η , que afecta la resistencia a la fluencia. El boro también favorece la estructura de límite de grano; reduce la solubilidad del carbono en la austenita, lo que incrementa la precipitación de los carburos MC y M_{23}C_6 .

Cuando se agregan cantidades altas de boro, se forman boruros que perjudican al material, ya que son duros y frágiles y se precipitan en los límites de grano. Se observa en aleaciones base níquel y hierro-níquel con contenidos aproximados de 0.03% B o superiores, generalmente tienen una composición M_3B_2 , donde los elementos “M” pueden ser molibdeno, tantalio, niobio, níquel, hierro o vanadio. Los boruros se ven similares a los carburos pero no se atacan por las mismas soluciones de los carburos (Ver **Figura 10**).

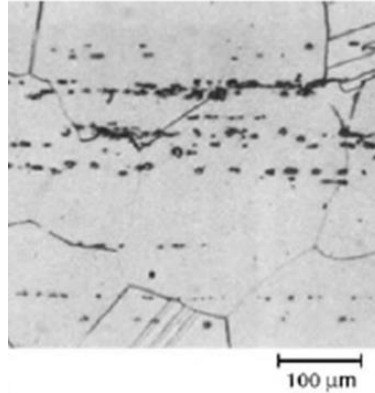


Figura 10 Barra de U-710 después de un recocido a 1175°C (2150°F) por 4h, la estructura está dispersada de carburos primarios MC y boruros M₃B₂ en una matriz γ , γ' está en solución [9].

2.5.10 Fase Laves

Son más comunes en aleaciones base hierro-níquel y cobalto, usualmente aparecen con forma de glóbulos irregulares, normalmente alargados, o como plaquetas después de altas temperaturas de exposición. Ejemplos típicos incluyen Fe₂Ti, Fe₂Nb y Fe₂Mo. Cantidades excesivas puede afectar la ductilidad en temperatura ambiente, aunque las propiedades a la fluencia no se afectan significativamente (Ver **Figura 11**).

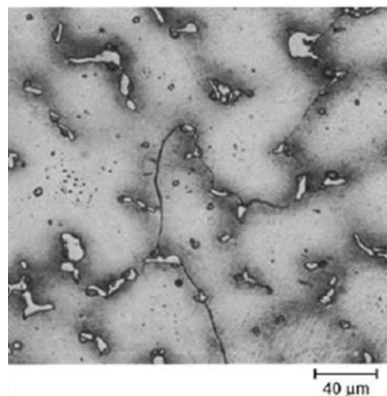


Figura 11 Aleación 718 sometida a tratamiento de recocido a 1095°C por 1h. La fase Laves se presenta como islas blancas y precipitó en las dendritas de la matriz γ [9].

2.5.11 Fase sigma σ

La fase σ se forma con una amplia gama de composiciones, y es una fase dura, frágil ya que está formada principalmente de ferrita (aunque algunas veces se forma directamente de la austenita) entre 540 y 870°C (1200 a 1600°F), por lo que su presencia no es deseable. Sin embargo, la presencia de σ en las súper aleaciones no necesariamente afecta las propiedades de manera negativa, cuando sigma precipita en forma de lámina puede mejorar las propiedades a la fluencia.

La composición clásica de la fase sigma es FeCr, aunque puede ser mucho más compleja y variable. Son comúnmente observadas en aleaciones base cobalto y base hierro, menos común en aleaciones base níquel. Puede tener varias morfologías, algunas de ellas muy perjudiciales para el material, aparecen con forma de glóbulos irregulares, normalmente alargados, estas formas aparecen después de amplios periodos de exposición entre 540 y 980°C (1005 a 1795°F).

2.5.12 Fase mu μ

Generalmente se observa en aleaciones con altos contenidos de molibdeno o tungsteno; con formas parecidas a un cuarzo o como plaquetas (platelets) Widmanstätten; estas formas son a altas temperaturas. Tiene poca influencia en las propiedades del material.

2.5.13 Nitruros MN

Los nitruros se observan en aleaciones que contienen titanio o niobio, como nitruro de titanio (el más común). Los nitruros no se ven afectados por los tratamientos térmicos y son insolubles al punto de fusión. Son fácilmente reconocibles al pulir el material; tienen formas cuadradas a rectangulares y con

rangos de amarillo a naranja. Sin embargo, las cantidades que normalmente se encuentran en las súper aleaciones tienen poca influencia en las propiedades del material.

2.5.14 Fase Chi χ

Puede ser encontrada en aleaciones base Fe-Cr-Ni que contienen molibdeno. La fase Chi tiene una composición similar a la fase σ , coexiste con ésta y también presenta propiedades similares de dureza y fragilidad.

2.5.15 Fase Delta Ni_3Nb (δ)

Se observa principalmente en Inconel 718; tiene una forma no circular cuando se forma entre 815 y 980°C (1500 y 1800°F); se forma por la reacción celular a bajas temperaturas de envejecimiento y por la precipitación intragranular a altas temperaturas de envejecimiento (Ver **Figura 12**).

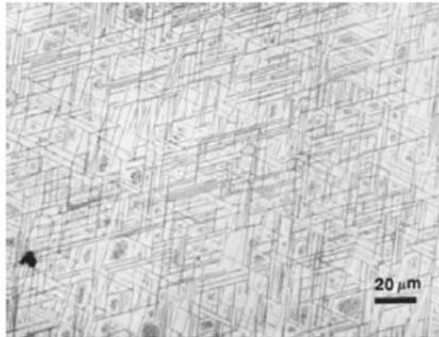


Figura 12 Gran cantidad de fase delta precipitada a través de los planos cristalinos en una aleación 718 que fue sometida a un tratamiento de recocido a 954°C (1750°F) y después a un envejecimiento de 100h a 871°C (1600°F). Magnificación 500X [9].

2.5.16 Otras fases encontradas

Algunas otras fases es menor común encontrarlas en las aleaciones resistentes al calor, como algunas fases que son exclusivas de ciertos materiales; o inclusiones, similares a las que se encuentran en los aceros, también pueden ser encontradas en este tipo de aleaciones. Por ejemplo, en las aleaciones base níquel es común encontrar sulfuros de titanio. Óxidos como Al_2O_3 o magnesia también pueden estar presentes.

2.6 PROBLEMAS DE CORROSIÓN PRESENTADOS EN TRATAMIENTO TÉRMICO

El medio que se usa para el tratamiento térmico varía de proceso a proceso. La corrosión a altas temperaturas de los componentes del horno depende altamente del medio ambiente (o atmósfera) de operación. Los medios típicos son el aire, atmósferas de combustión, carburización o nitrificación, sales fundidas y atmósferas protectoras (como atmósferas endotérmicas, nitrógeno, argón, hidrógeno y vacío). Las atmósferas protectoras se usan para prevenir que las partes metálicas formen capas gruesas de óxido durante el tratamiento térmico. El ambiente puede ser fácilmente contaminado por impurezas, las cuales pueden acelerar la corrosión. Estos contaminantes como son los sulfuros, vanadio y sodio, generalmente vienen de combustibles, fundentes, de componentes del molde, lubricantes, etc. Los modos de corrosión a alta temperatura que son los responsables más comunes de la degradación de los accesorios de hornos son:

- Oxidación.
- Carburización.
- Sulfitación.
- Corrosión de sales fundidas (molten-salt).
- Corrosión de metal fundido.

2.6.1 Oxidación

La oxidación es probablemente el modo de corrosión predominante en el tratamiento térmico a altas temperaturas. La oxidación involucra aire o atmósferas de combustión con muy pocos o ningún contaminante, como son los sulfuros, cloro, metales alcalinos y sal.

A temperaturas máximas de 540°C, los aceros al carbono y aceros aleados presentan buenas propiedades a la oxidación. A temperaturas intermedias entre 540 y 870°C (1000 a 1600°F), los aceros resistentes al calor tienen mejores propiedades. Conforme la temperatura incrementa por encima de 870°C (1600°F), la mayoría de los aceros inoxidables presentan problemas de corrosión, por lo que mejores aceros, como las aleaciones base níquel, se necesitan para mejorar la resistencia a la corrosión a estas temperaturas.

2.6.2 Carburización

Los problemas en materiales debido a la carburización son comunes en los componentes de tratamiento térmico en hornos de carburización, en donde la atmósfera tiene actividad de carbono mayor que en la aleación del componente del horno. Por lo que el carbono se transfiere de la atmósfera a la aleación, lo cual resulta en la carburación de la aleación, y esto provoca que la aleación se fragilice. Las aleaciones base níquel se consideran más resistentes a la carburización que los aceros inoxidables.

2.6.3 Carburización catastrófica (metal dusting)

El carburización catastrófica es otro modo de corrosión relacionado con los hornos de carburizado. Este tiende a ocurrir en una región donde la atmósfera de gas carbonoso se estanca. La aleación normalmente sufre una pérdida rápida de metal, esta pérdida generalmente consiste en hollín de carbono, metal, carburos de metal y óxidos de metal. El ataque normalmente inicia en la superficie del metal que está en contacto con el refractario del horno, la **Figura 13** muestra el ataque de carburización catastrófica en una aleación Multimet.

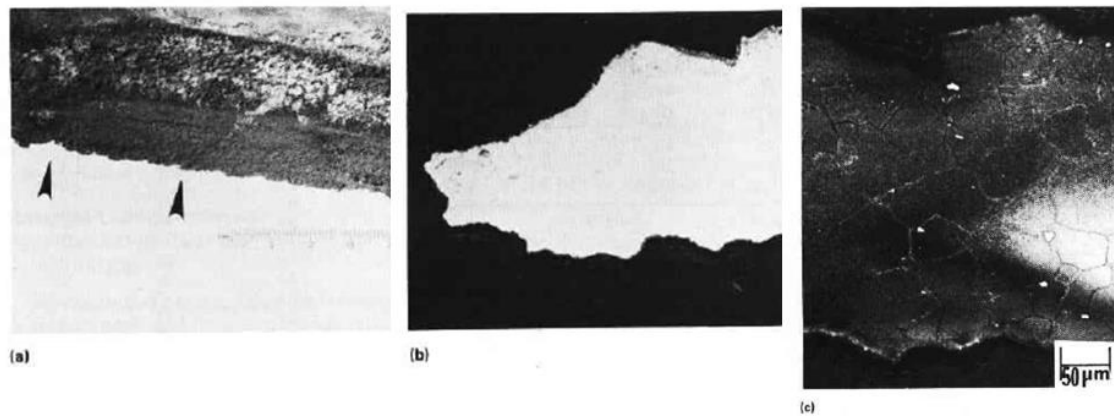


Figura 13 Carburización catastrófica en un componente de aleación Multimet en un horno de carburización de interface refractaria. a) Perforación del componente (flechas), b) Área transversal que muestra picadura severa, c) carburización severa en el área con picadura [8].

La carburización catastrófica ha sido encontrada en aceros al cromo, aceros inoxidables austeníticos y aleaciones base níquel y base cobalto, ya que todas estas aleaciones son formadoras de óxido de cromo, que tiende a formar Cr_2O_3 cuando se calienta a temperaturas elevadas.

2.6.4 Sulfitación

Las atmósferas de los hornos pueden ser contaminadas con sulfuros, los cuales pueden venir de combustibles, fundentes, aceite de corte, entre otros. Los sulfuros pueden reducir drásticamente los tiempos de servicio de los componentes debido al ataque por sulfitación.

Se sabe que las aleaciones base níquel son más susceptibles a una sulfitación catastrófica debido a la formación de sulfuros ricos en níquel, los cuales se funden a 650°C (1200°F).

2.6.5 Corrosión por sales fundidas

Las sales fundidas son ampliamente usadas en la industria de tratamiento térmico para el templado, recocido, endurecimiento, recalentamiento, carburizado y otros procesos. Las sales que comúnmente se usan incluyen nitratos, carbonatos, cianuros, cloruros, y cáusticos, dependiendo de la operación. Por ejemplo, una mezcla de nitratos y nitritos es normalmente usado para el templado y normalizado. En algunos casos, los vapores de la sal pueden causar un ataque de corrosión a alta temperatura, el cual es significativamente peor que el causado con el contacto con la sal.

2.6.6 Corrosión por metal fundido

Algunas operaciones de tratamiento térmico involucran metales fundidos. El plomo se usa como un medio de tratamiento térmico, así como baño de zinc fundido para procesos de galvanizado. Sin embargo, existe poca información en la literatura referente a la corrosión provocada por metal fundido.

CAPÍTULO 3

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El presente capítulo describe los materiales utilizados, la preparación de las muestras, los equipos, así como la metodología, que se siguió en este proyecto de investigación, y se resume en un diagrama experimental. Todo el trabajo se realizó en los laboratorios del Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología (CIIDIT), así como en el laboratorio de posgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León.

3.1 MATERIAL

La aleación usada para el análisis de este trabajo, HR32, consistió en material vaciado proporcionado por el fabricante Cronite de México S. de R.L. de C.V. (ver **Figura 14**), este acero tiene gran demanda y de ahí el interés en su estudio para comparar su comportamiento microestructural y mecánico con otras aleaciones fabricadas por la misma empresa.



Figura 14 Material base

En la **Tabla 5** se muestra la composición química nominal de la aleación HR32, proporcionada por el fabricante, expresada en porciento de peso.

Tabla 5 Composición química nominal HR32

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Ti	Nb	N
0.35	1.8	0.63	0.02	<0.00 1	18.7	37.8	0.01	1.39	0.04

El acero fue cortado para obtener piezas de 2 cm de altura en la dirección del vaciado, esto mediante una máquina de corte con agua. Se cortaron 28 muestras para el tratamiento térmico de envejecido y 2 más para análisis en su condición de metal base. Después del corte y antes del tratamiento térmico las muestras se pesaron para estudios posteriores de oxidación.

3.2 DIAGRAMA EXPERIMENTAL

Debido a que la mayoría de las aplicaciones importantes de este material se encuentra en temperaturas entre 650 y 850°C, se eligió la temperatura de 750°C para el tratamiento de envejecimiento; además para comparar los resultados con investigaciones anteriores. La temperatura de 950°C fue elegida por el fabricante para validar su comportamiento en condiciones extremas.

La aleación HR32 (18Cr-37Ni) se sometió a un tratamiento de envejecimiento a las temperaturas de 750 y 950°C, a diferentes tiempos y se analizó su evolución microestructural, así como el efecto que el envejecimiento tiene sobre la microdureza del material en las diferentes condiciones de envejecimiento. La **Figura 15** muestra el Diagrama Experimental.

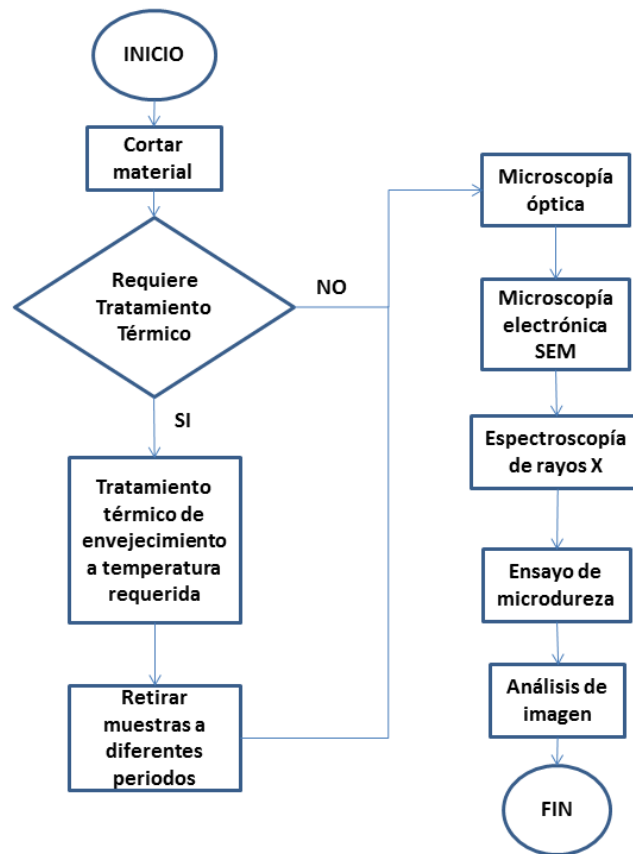


Figura 15 Diagrama Experimental

3.3 METODOLOGÍA

Tratamiento térmico.

El tratamiento térmico de envejecimiento fue llevado a cabo en un horno de resistencia eléctrica Thermolyne (**Figura 17**). Este tratamiento se hizo a 2 temperaturas: 750 y 950°C, ver **Figura 16**.

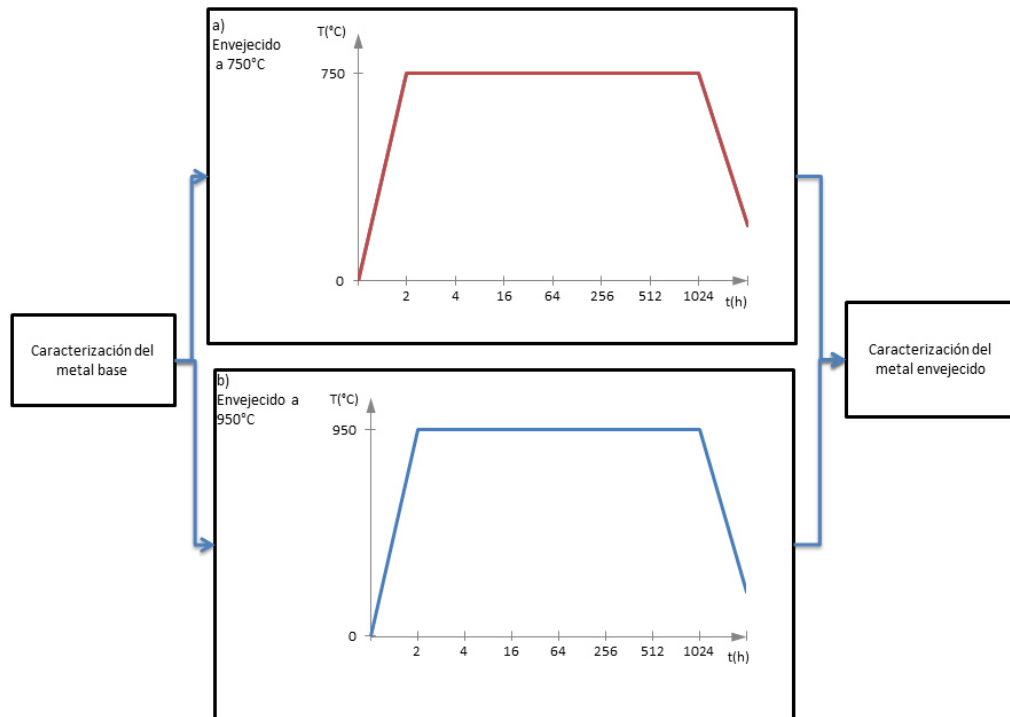


Figura 16 Tratamientos térmicos aplicados a la aleación HR32 a) Envejecimiento a 750°C, b) Envejecimiento a 950°C



Figura 17 Horno utilizado para el tratamiento de envejecimiento

Se colocaron 14 muestras en el horno (en aire) y se mantuvieron a 750°C para posteriormente ser retiradas 2 muestras después de 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 horas de tiempo del tratamiento térmico de envejecido, ver **Figura 16** inciso a). Una vez fuera del horno, estas se dejaron enfriar hasta

obtener la temperatura ambiente. Una vez que se enfriaron las muestras fueron pesadas para su análisis posterior.

Este procedimiento se repitió con la temperatura de 950°C en el mismo horno. Ver **Figura 16**, inciso b). La caracterización que se llevó a cabo del metal base así como del metal envejecido.

3.4 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

3.4.1 Preparación metalográfica

La metalografía del metal base de la aleación así como del material envejecido, se hizo utilizando técnicas convencionales de pulido según la norma ASTM E 3. Las muestras se desbastaron con lijas de diferente granulometría desde lija # 80 hasta #2400 en una maquina pulidora Struers; debido al tamaño de las mismas no fue necesario el montarlas en baquelita. Después se pulieron empleando solución de diamante de 6 μ m y 1 μ m para obtener el acabado espejo y con esto revelar la microestructura para su observación en microscopio.

3.4.2 Microscopía óptica

El estudio por medio de microscopía proporciona las características microestructurales, tales como son tamaño de grano, así como la forma y distribución de las fases presentes. Además de la presencia de inclusiones no metálicas y defectos del material.

El microscopio óptico se utilizó como primera herramienta en la observación de las muestras debido a la disponibilidad del mismo, así como a la cantidad de muestras que fueron envejecidas. Como se mencionó

anteriormente no fue necesario el ataque químico debido a que con el uso de la luz polarizada con la combinación del tiempo de pulido fue suficiente para revelar la microestructura y a mayores magnificaciones incluso ver diferencia de fases presentes.

Las muestras de la aleación en su condición de metal base y las envejecidas a los diferentes tiempos de tratamiento térmico: 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 horas, fueron observadas y fotografiadas a diferentes aumentos una vez terminada la preparación metalográfica, en un microscopio óptico marca Olympus BX51M (**Figura 18**), para determinar los cambios microestructuras sufridos por la aleación durante el tratamiento térmico en las 2 temperaturas de envejecimiento.

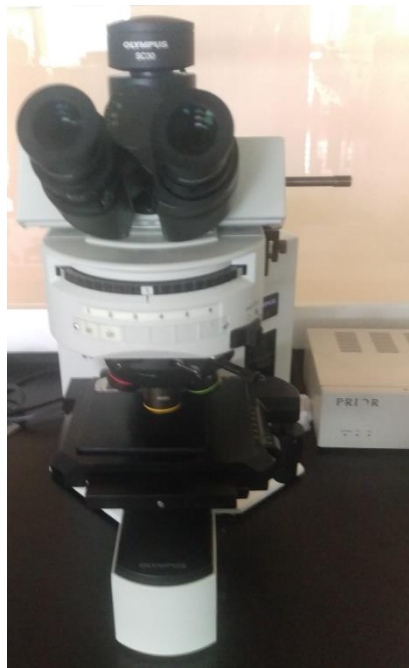


Figura 18 Microscopio óptico

3.4.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido (SEM) es otro instrumento para la investigación de la microestructura de materiales metálicos; comparado con el

microscopio óptico, éste expande su rango de resolución. Las magnificaciones pueden ir hasta amplificaciones de 10,000 hasta 150,000 aumentos [9].

En el microscopio electrónico de barrido se genera un haz de electrones desde un cátodo de tungsteno que se calienta, y este se enfoca por un sistema de lentes magnéticos. Cuando el haz de electrones primario interactúa con el espécimen, los electrones y otras radiaciones que se producen pueden ser usadas para formar imágenes y para analizar químicamente los elementos de la microestructura.

Los modos de operación más comunes son la señal de electrones secundarios (SE), la señal de electrones retrodispersados (BE) así como la espectroscopía de rayos X (EDX).

En la señal de electrones retrodispersados (BE) la distribución de energía de los electrones retrodispersados, depende de la energía primaria de los electrones incidentes, del número de electrones de la última capa, el número atómico del material, así como la inclinación de la superficie de la muestra. Conforme el número atómico del material incrementa el haz incidente decrece, una menor cantidad de electrones son retrodispersados, y más energía se pierde. En los materiales con mayores números atómicos, una gran cantidad de electrones son retrodispersados por los átomos más cercanos a la superficie, con un pequeño cambio en la energía. Por lo tanto el rendimiento, el espectro de energía y la profundidad del escape de electrones retrodispersados está directamente relacionado al número atómico del material.

La cantidad de electrones retrodispersados y secundarios es una función del número atómico. El contraste del material es útil para la identificación cualitativa de fases y es especialmente adecuado para la evaluación cuantitativa de la geometría microestructural para el análisis de imagen. Elementos con números atómicos más altos aparecen más brillantes en la imagen, mientras que los elementos con número atómico más bajo aparecen más oscuros.

La imagen de electrones secundarios (SE) está formada por la interacción de los electrones primarios con la pérdida de electrones de la capa de valencia del átomo. El espectro de energía de estos electrones es independiente de la energía de los electrones incidentes así como del material.

Los contrastes topográficos dependen de los electrones secundarios, para hacer esto, se crea un contraste que es análogo a la imagen óptica donde la impresión estereoscópica es resaltada por sombras en las regiones ocultas del detector.

Normalmente, todos los electrones por debajo de 50eV de energía se considera que son electrones secundarios (ya que el 70% de ellos tienen energías menores a 3eV), mientras que los que están por encima de 50eV se consideran retrodispersados.

Los rayos X son excitados por el haz de electrones y forma 2 tipos de espectros: uno con espectro continuo y el otro con radiación característica con espectro de línea distinto. El espectro de línea puede ser analizado por espectrometría dispersiva de longitud de onda (WDS) y por espectrometría dispersiva de energía (EDS), que es la más comúnmente utilizada. Un detector transfiere los impulsos de rayos X a un analizador multicanal. La información integrada, después de ser procesada en una microcomputadora, se muestra en la pantalla, dando un rápido análisis cualitativo y semicuantitativo de la composición.

Durante el estudio se realizaron observaciones por microscopía electrónica de barrido (SEM) a las muestras de la aleación en su condición de metal base y envejecidas a 750 y 950°C por 512 y 1024 horas, esto para comparar los resultados con estudios anteriores y a 4 horas para ver su comportamiento a cortos periodos, ya que de las imágenes obtenidas en el microscopio óptico fueron las que mostraron el inicio del cambio microestructural; y se obtuvieron imágenes tanto de electrones secundarios (SE) como retrodispersados (BE).

También se hizo análisis semi cuantitativo (usando espectroscopía de rayos X), de las diferentes fases identificadas. Esto fue realizado en un microscopio electrónico de barrido de la marca Tescan Vega 4 con software de microanálisis EDAX Génesis v4.2.1 (**Figura 19**). Donde fueron seleccionadas imágenes de la aleación en ambas temperaturas y a diferentes tiempos de envejecimiento.

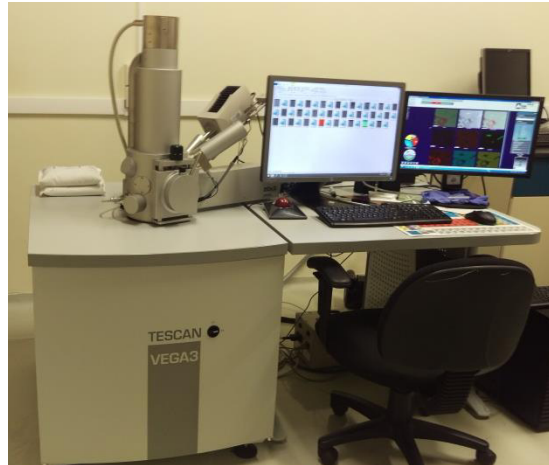


Figura 19 Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

3.4.4 Caracterización de microdureza

El ensayo de dureza Vickers es un método para medir la dureza de los materiales mediante un indentador de diamante con forma de pirámide, el ángulo comprendido entre las caras de la pirámide es de 136° . El número de dureza Vickers se define como la carga dividida entre el área de la superficie de la indentación. En la práctica, esta área se calcula de las mediciones microscópicas de las longitudes de las diagonales de la impresión que se realiza en el material [10].

Se realizaron pruebas de microdureza para relacionar las transformaciones microestructurales de la aleación con sus propiedades mecánicas. Estos ensayos se llevaron a cabo en la aleación en su condición de metal base, así como envejecido a 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 horas, con el

fin de obtener su comportamiento y evolución de microdureza pasando desde periodos de tiempo cortos hasta su máximo tiempo de envejecimiento, considerando las temperaturas de 750 y 950°C.

Las muestras preparadas metalográficamente fueron sometidas a pruebas de microdureza Vickers en un microdurómetro marca Emco Test Modelo Durascan de la empresa SISAMEX (**Figura 20**), según estándar ASTM E 92. Esto se realizó haciendo 6 mediciones en zonas específicas en cada una de las muestras. La carga que se utilizó fue de 300 gramos.



Figura 20 Micro durómetro

3.5 ANÁLISIS DE IMAGEN

Para complementar el estudio, se realizó un análisis de imagen para determinar el espacio dendrítico en el material base, así como la cuantificación de fases presentes en el material base así como en el acero envejecido a 750 y 950°C por 512 y 1024 horas, respectivamente.

Este análisis fue realizado con el software Image J (**Figura 21**) utilizando imágenes que se obtuvieron en el microscopio electrónico de barrido.

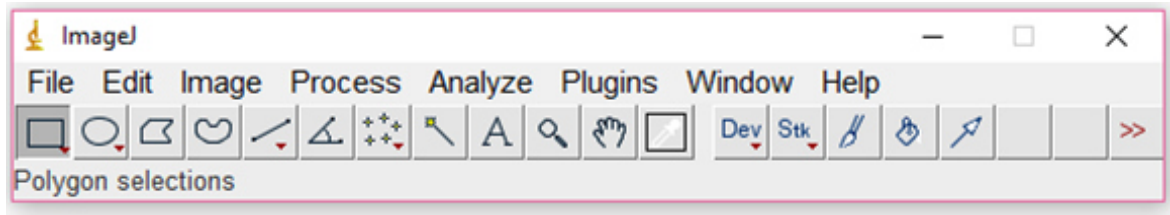


Figura 21 Image J

El procedimiento a seguir una vez obtenidas las imágenes, fue seleccionar entre 5 y 7 imágenes de SEM a 500X y usar el software para crear un contraste entre los carburos oscuros (carburos de cromo) y los carburos claros (carburos de niobio) y medir el porcentaje de cada fase presente, a mayores tiempo de envejecimiento (512 y 1024 horas) se hace una diferencia entre el porcentaje de carburos primarios y la precipitación de carburos secundarios. Todo esto para determinar un crecimiento en el porcentaje de las fases a diferentes tiempos de envejecimiento y hacer un comparativo con el material base.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Una vez concluida la experimentación, se procedió a revisar y discutir los resultados, los cuales se concentran básicamente con la evolución microestructural y cambios en la microdureza presentada por la aleación HR32 durante el tratamiento térmico de envejecido a las temperaturas y tiempos planteados. En lo que se refiere a la discusión, se hace el comparativo con trabajos anteriores.

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LA ALEACIÓN HR32 EN CONDICIÓN DE VACIADO

1.1.1. Microscopía óptica

A continuación se presenta la microestructura de la aleación HR32. En la **Figura 22**, se puede observar una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos. A mayores aumentos se observa ya la diferencia en la coloración de los carburos primarios, **Figuras 23 y 24**.

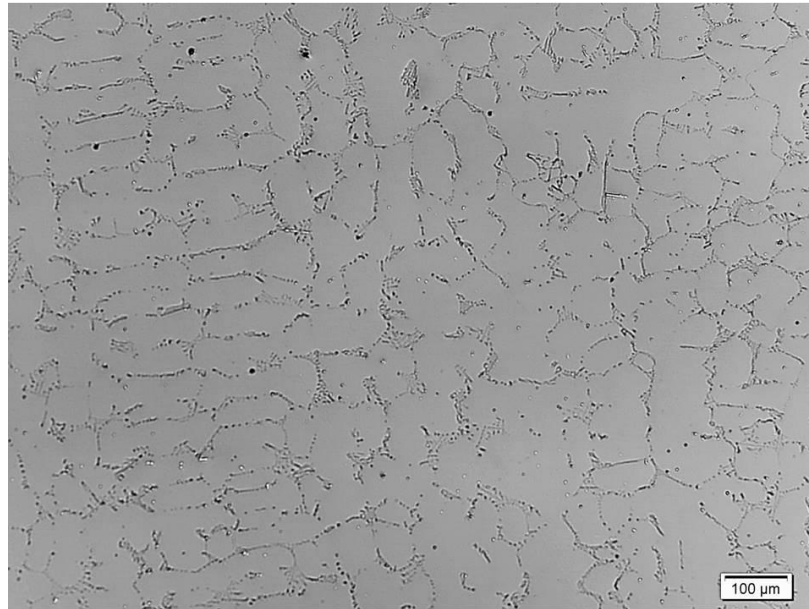


Figura 22 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, a 100X.

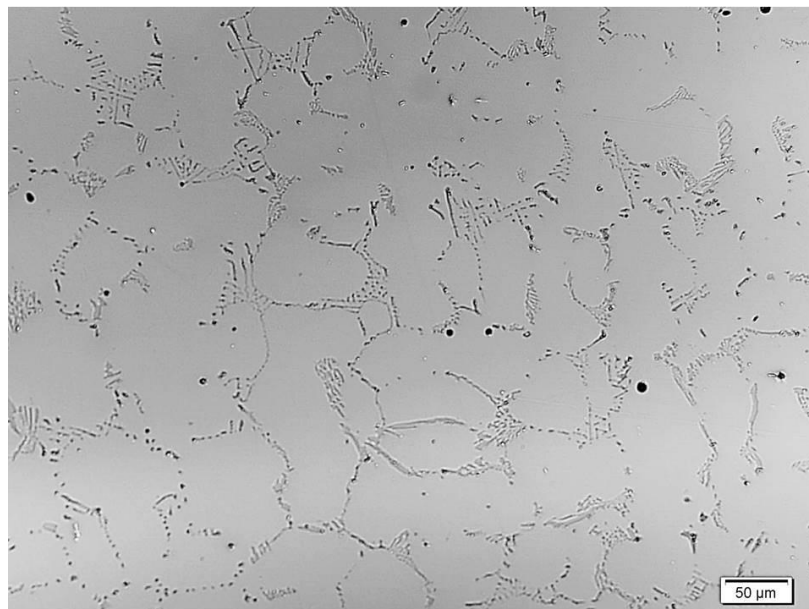


Figura 23 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, a 200X.

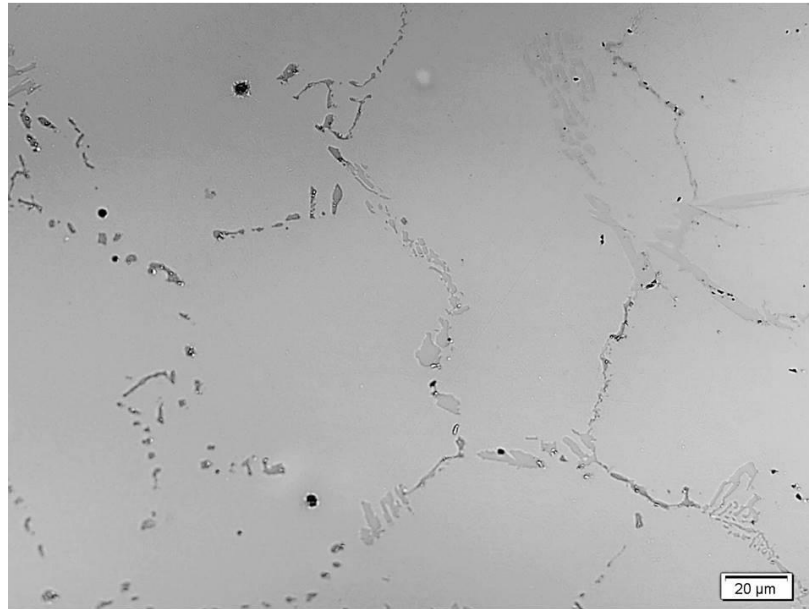


Figura 24 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, a 500X.

En base a las imágenes de microscopía óptica de bajas magnificaciones como la mostrada en la **Figura 22**, se calculó un promedio de la distancia interdendrítica, obteniendo un valor de 43 μm para la aleación HR32, la cual es más alta que la presentada en trabajos anteriores [11] debido a que la aleación utilizada para esta investigación tiene una condición de vaciado mientras que las aleaciones utilizadas en el trabajo comparativo fueron tubos obtenidos por fundición centrífuga, lo que produce una alta solidificación y elevadas tasas de enfriamiento, reduciendo el tamaño entre dendritas [12].

1.1.2. Microscopía electrónica

Las imágenes de las **Figuras 25 y 26** se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés) con detector de electrones retrodispersados (BE), en ellas se pueden observar 3 fases presentes, una matriz de austenita primaria y dos tonalidades en los carburos primarios, lo cual se debe a la diferencia de pesos atómicos de sus

constituyentes, donde los más claros, corresponden al elemento con mayor número atómico, y los más oscuros, a los de menor número atómico.

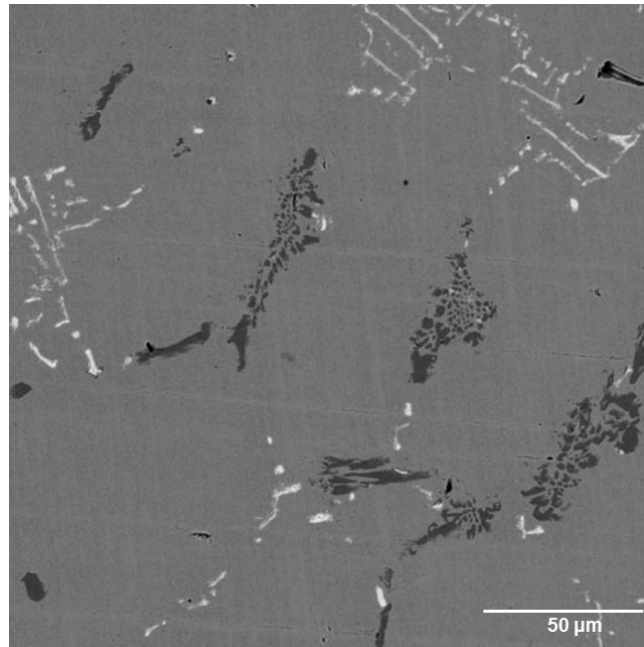


Figura 25 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, 1000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE)

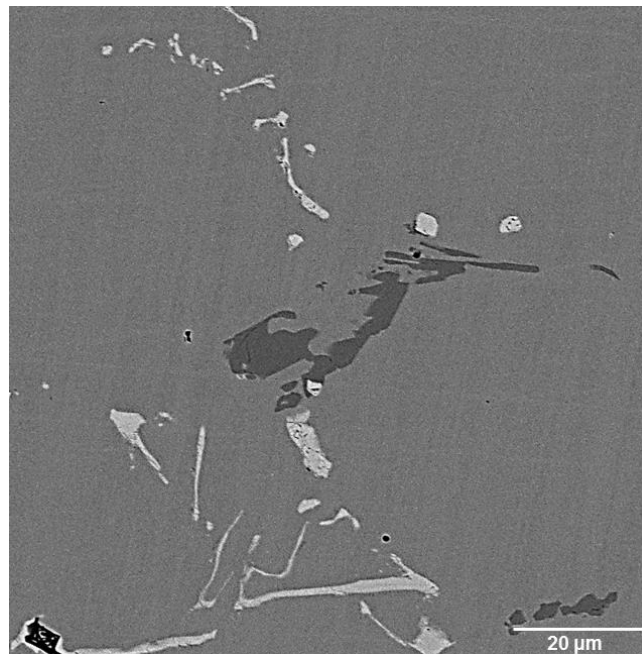


Figura 26 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE)

La **Figura 27**, con 10,000 aumentos, muestra con la letra A la matriz de austenita, mientras que la letra B y C, los carburos claros y oscuros, respectivamente.

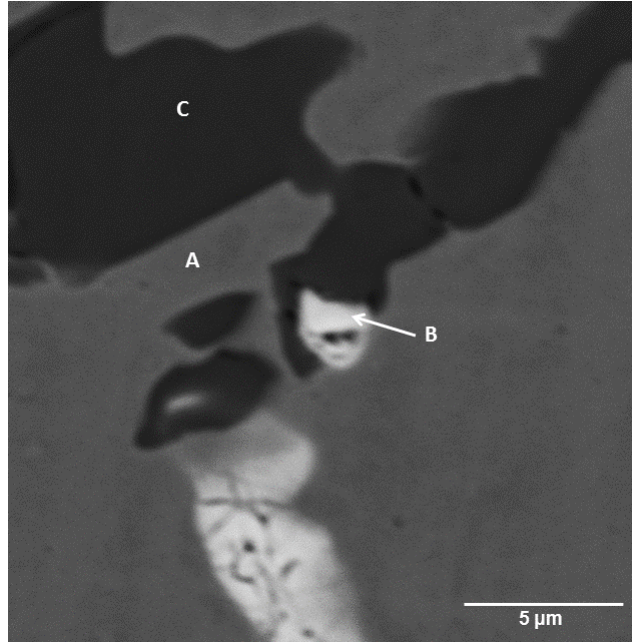


Figura 27 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, 10,000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE)

1.1.3. Espectroscopía de rayos X (EDX)

Se llevó a cabo un análisis químico elemental tanto de la matriz y de los carburos primarios eutécticos (claros y oscuros) utilizando la técnica de espectroscopía de rayos X (EDX) en el microscopio electrónico de barrido.

La **Figura 28** muestra el espectro obtenido del análisis puntual de la matriz de la aleación HR32 en su condición de metal base (del área mostrada en la **Figura 27**), donde se observa que está compuesta de cromo, hierro y níquel, principalmente. También es importante resaltar que el silicio se encuentra en solución en la matriz de austenita.

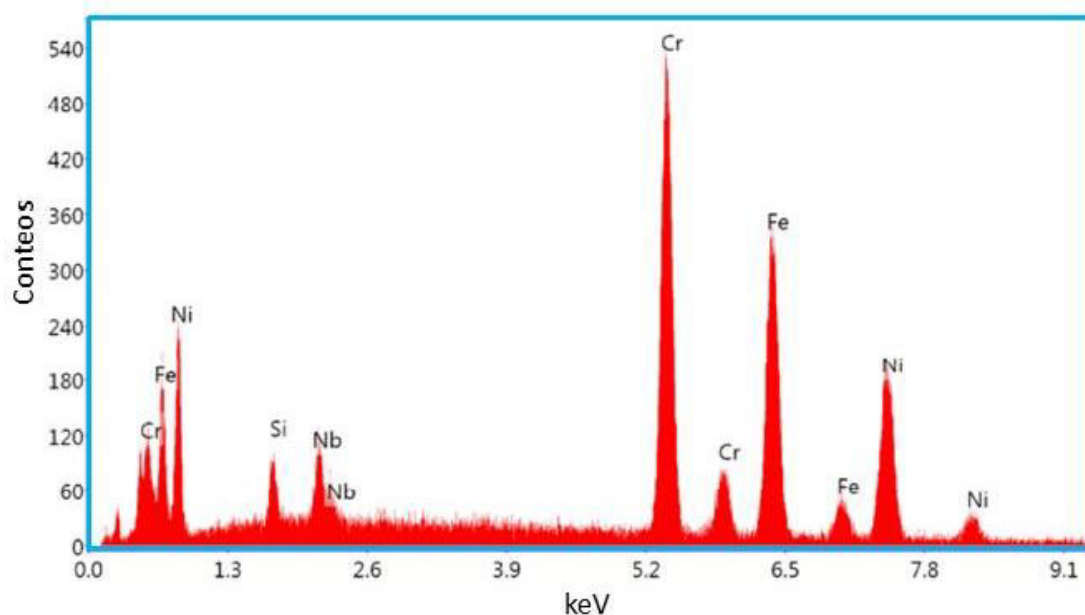


Figura 28 Espectro EDX de la matriz de la aleación HR32 en su condición de metal base

En las **Figuras 29** y **30** se muestran los espectros obtenidos de los dos tipos de carburos primarios, claros y oscuros, respectivamente. Los claros (mostrados en la **Figura 27** con la letra B) son ricos en niobio, mientras que los oscuros (mostrados en la **Figura 27** con la letra C) son ricos en cromo, siendo el niobio el elemento más pesado con referencia al cromo y lo cual confirma la diferencia de tonalidades en las metalografías presentadas en las **Figuras 25, 26 y 27**, y con las mismas características de composición que los referidos en investigaciones anteriores [12, 11, 13, 14, 15, 16, 17].

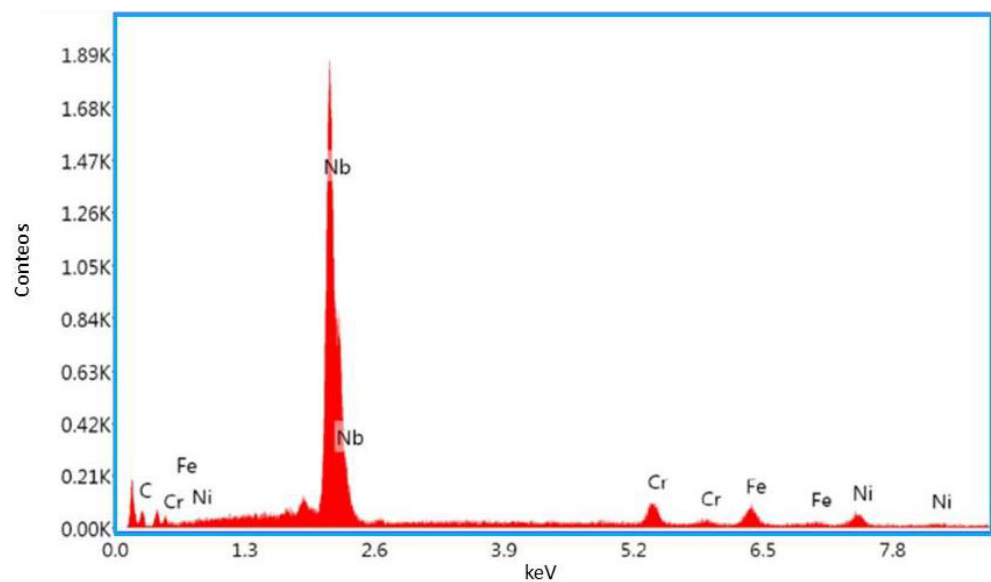


Figura 29 Espectro EDX obtenido de los carburos claros de la aleación HR32, en su condición de metal base

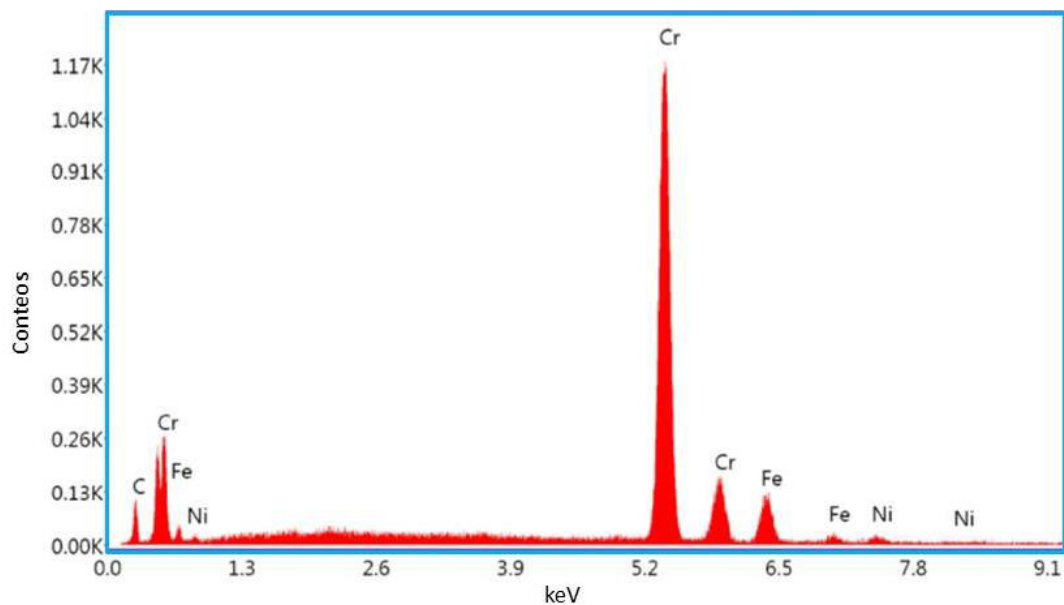


Figura 30 Espectro EDX de los carburos oscuros de la aleación HR32, en su condición de metal base

Se realizó el análisis lineal mediante EDX del punto x al punto y, el cual se muestra a continuación en la gráfica de la **Figura 31**:

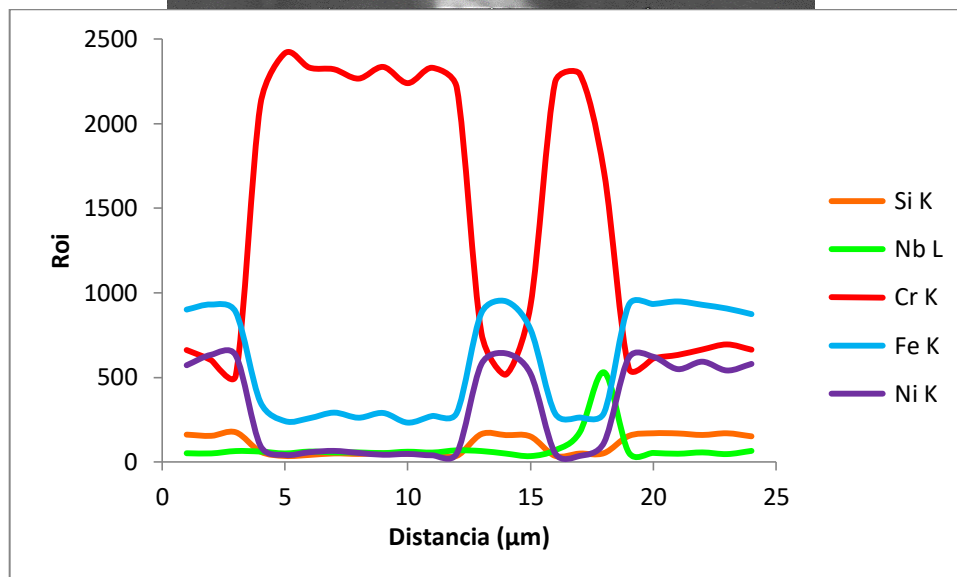
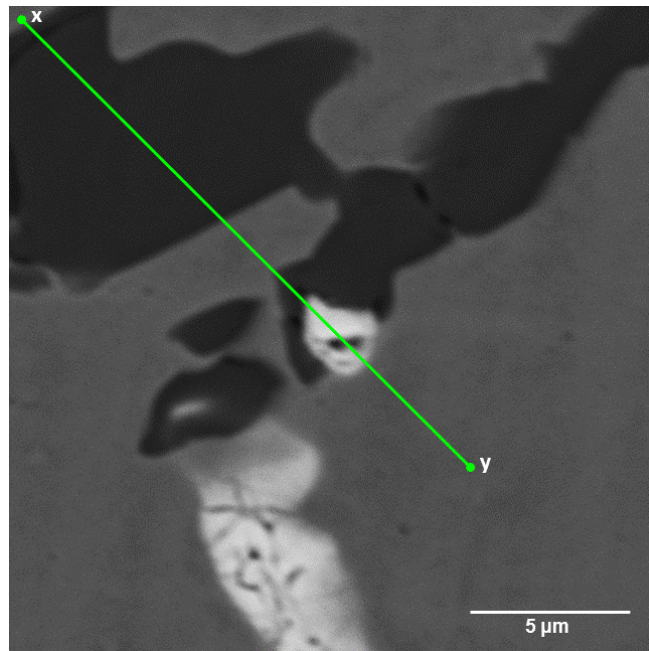


Figura 31 Análisis lineal EDX de la aleación HR32 en su condición de metal base

De la información presentada anteriormente se concluye lo siguiente:

- Del análisis de espectros de la **Figura 28**, se confirma que la aleación HR32 presenta una matriz de austenita primaria, similar a la descrita en trabajos anteriores [12, 11, 13, 14, 15].

- Se puede deducir en base a los análisis de espectros de la **Figuras 29 y 30**, que el niobio está principalmente en los carburos primarios claros, por lo que se supone que son del tipo NbC [12, 11, 13, 14, 15].
- Los carburos primarios oscuros contienen principalmente cromo y su fase probable es Cr_7C_3 [12, 11, 13, 14, 15], mientras que el silicio permanece en solución en la matriz de austenita, así como el níquel y parte del cromo, lo cual se confirma en el análisis lineal de la **Figura 31**.

4.2 CARACTERIZACIÓN DE LA ALEACIÓN HR32 ENVEJECIDA A 750°C POR DISTINTOS PERIODOS DE TIEMPO HASTA COMPLETAR 1024h.

A continuación se muestran los resultados de la caracterización de la aleación HR32 con un tratamiento de envejecimiento a 750°C durante 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 h.

4.2.1 Microscopía óptica

Las siguientes imágenes fueron obtenidas mediante microscopía óptica sin ataque y utilizando luz polarizada, en ellas se muestra su evolución microestructural en los diferentes tiempos de tratamiento térmico de envejecimiento.

En la **Figura 32** la muestra tiene 2 h de envejecimiento y apenas se empieza a apreciar la presencia de precipitados finos, mientras que en la **Figura 33**, con 4 h de envejecimiento, la presencia de carburos secundarios es más clara, se presentan de 2 tipos, los primeros blancos y brillantes, algunos rodeados por una coloración más oscura, mientras que los otros se observan como puntos oscuros.

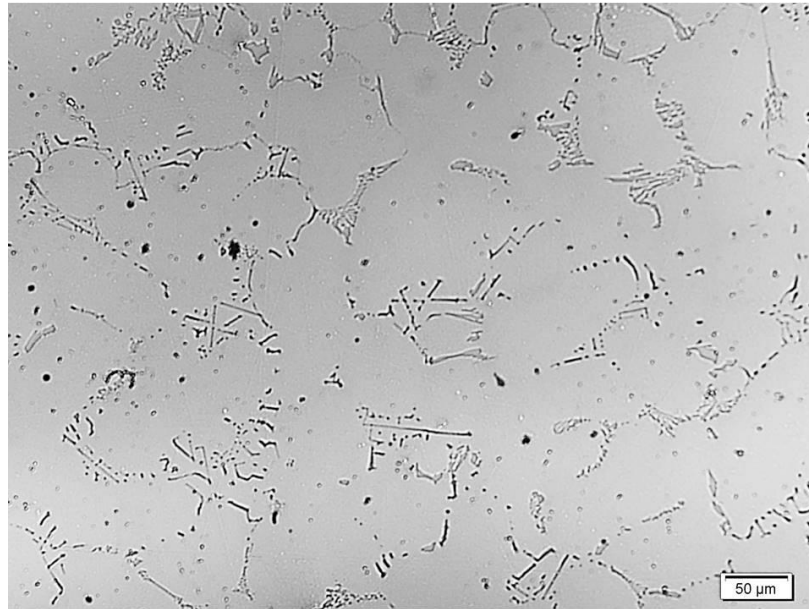


Figura 32 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 2 h, 200X.

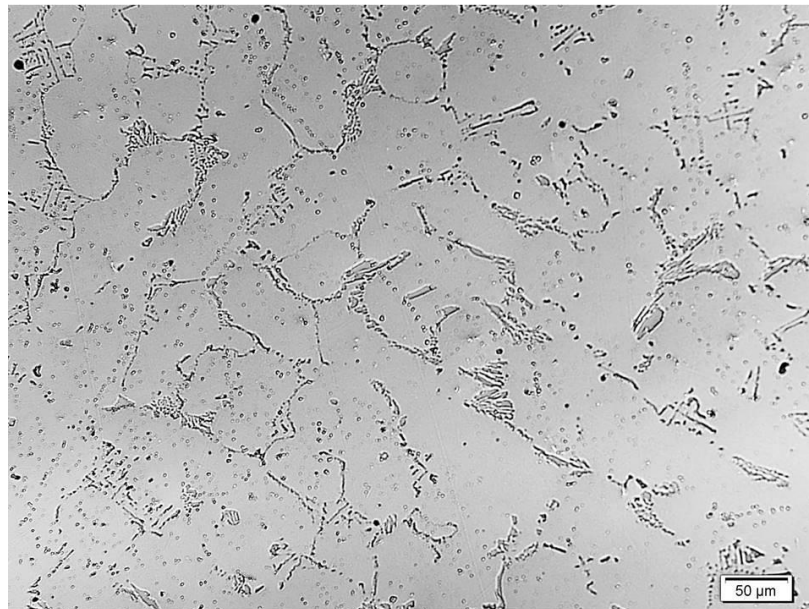


Figura 33 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 4 h, 200X.

En las **Figuras 34 y 35**, se presentan micrografías de muestras expuestas durante 16 y 64 h respectivamente, donde parece que la difusión se detuviera y los carburos que se veían a cortos períodos aparentemente se disuelven, ya que no se alcanzan a percibir, con excepción de pocos de los blancos y brillantes.

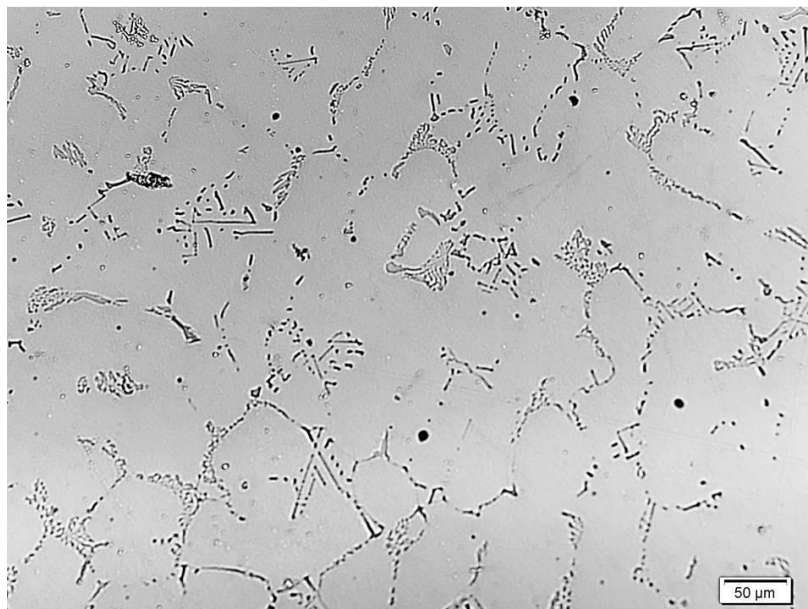


Figura 34 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 16h, 200X.

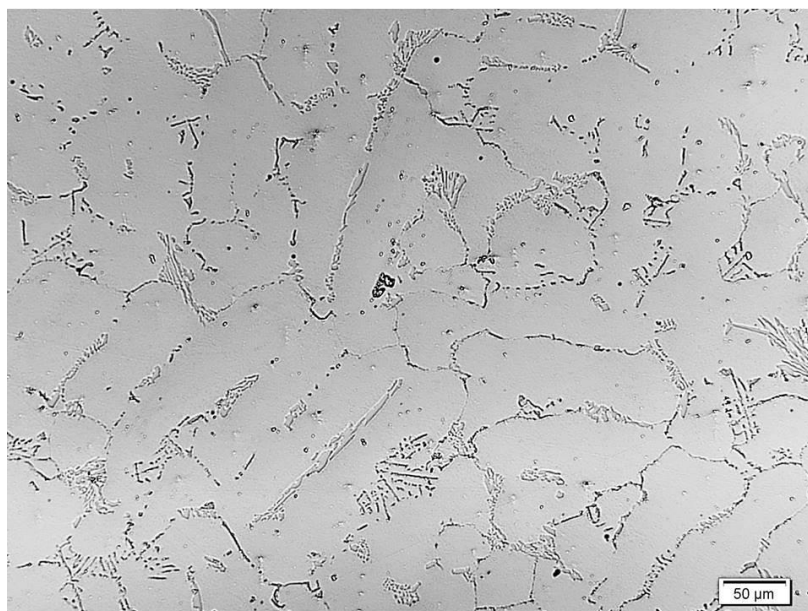


Figura 35 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 64h, 200X.

En la **Figura 36**, con 256 h de envejecimiento, los carburos de forma redondeada, blancos y brillantes vuelven a aparecer en la matriz de austenita. En la **Figura 37**, con 512 h de envejecimiento, y en la **Figura 38**, con 1024 h, es evidente la presencia de una gran cantidad de precipitados muy finos en la matriz de austenita.

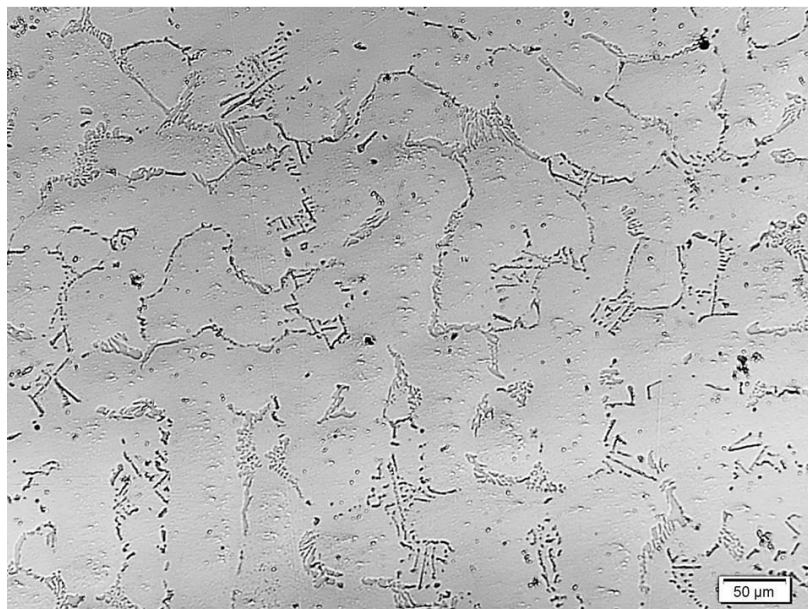


Figura 36 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 256h, 200X.



Figura 37 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 512h, 200X.

En la **Figura 37**, estos aparecen concentrados alrededor de los carburos eutécticos primarios, mientras que en la **Figura 38**, estos ya aparecen distribuidos en toda la matriz de austenita, la forma de los carburos eutécticos primarios también se ven más redondeados con respecto a cortos períodos de envejecimiento.

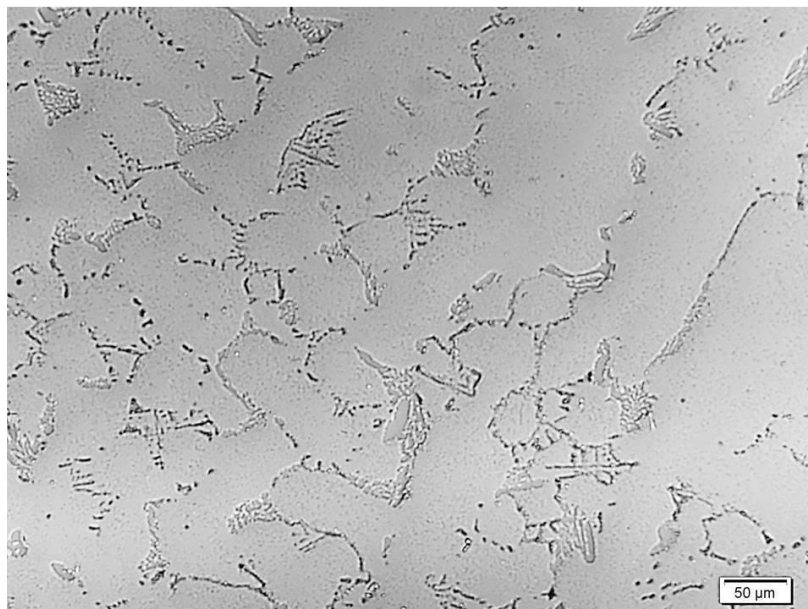


Figura 38 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 1024 h, 200X.

4.2.2 Microscopía electrónica

En base a la evolución de la microestructura detectada en las imágenes del microscopio óptico, se decidió que en las imágenes por microscopía electrónica de barrido (SEM) con detector de electrones retrodispersados (BE), se incluyera la evolución de la microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C por 512 y 1024 h para el comparativo con trabajos anteriores, pero también se incluye imágenes con 4h de envejecimiento para su análisis.

En la **Figura 39**, se presenta la micrografía de una muestra tratada térmicamente durante 4 horas, donde se puede observar como empiezan a aparecer precipitados muy finos en la matriz de austenita, también como en los carburos primarios interdendriticos más claros, empiezan a aparecer rodeados por carburos más oscuros. Sin embargo, estos mantienen su forma con respecto a la condición de vaciado.

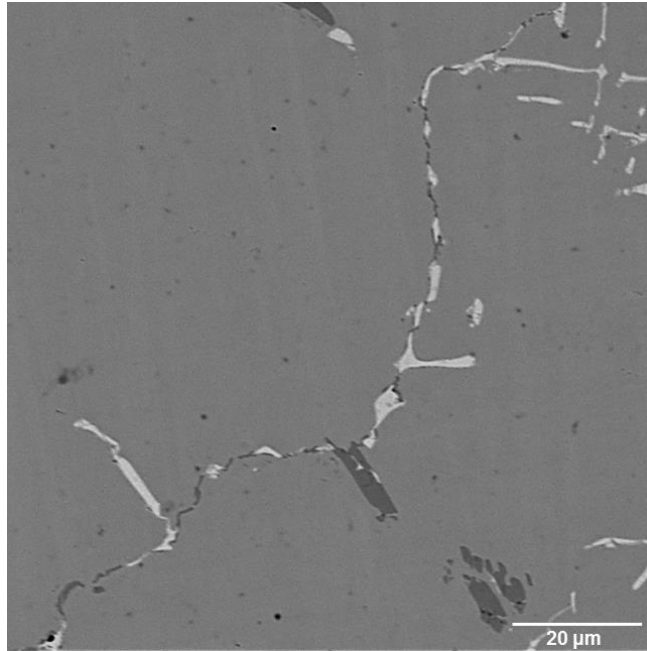


Figura 39 Microestructura de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 4h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE)

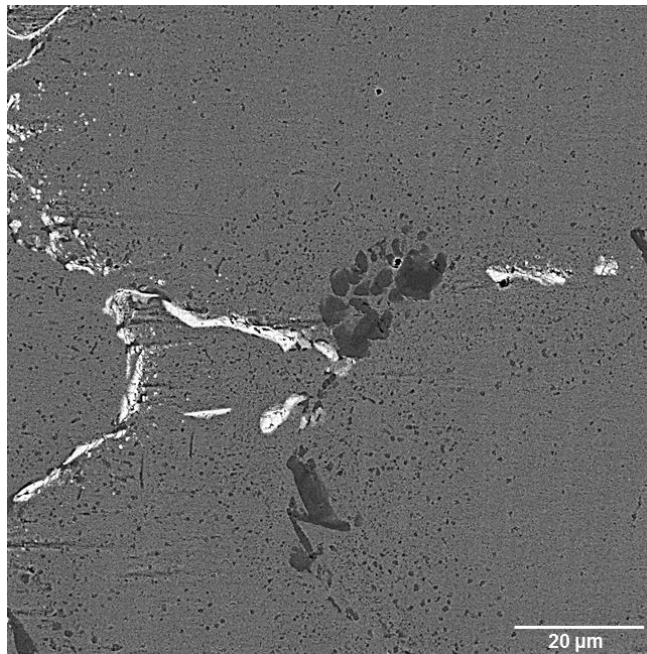


Figura 40 Microestructura de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE)

Las **Figuras 40** y **41** corresponden a las muestras envejecida durante 512 y 1024 h respectivamente. En estas micrográficas se aprecia un incremento en el número de precipitados en la matriz de austenita, así como de mayor

tamaño conforme avanza el envejecimiento, mientras que la forma de los carburos primarios tiende a irse redondeando e incluso perder su forma. En la **Figura 40**, parece como si una nueva fase de color intermedio entre los carburos claros y oscuros estuviera haciéndose presente en las uniones de estos.

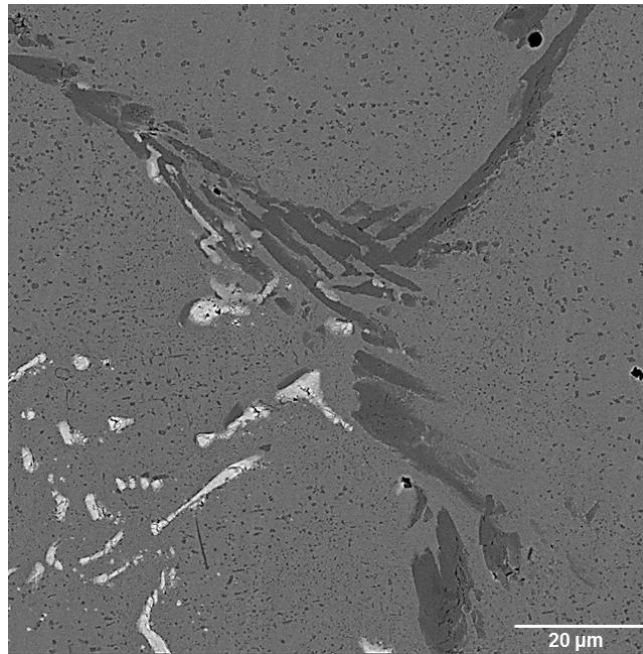


Figura 41 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE)

4.2.3 Espectroscopía de rayos X (EDX).

La **Figura 42**, con 10,000 aumentos, muestra con la letra A la matriz y con la letra B y C los carburos claros y oscuros respectivamente, esta imagen fue utilizada para el análisis EDX de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 512 h. La **Figura 43**, contiene el espectro obtenido de la matriz para esta condición.

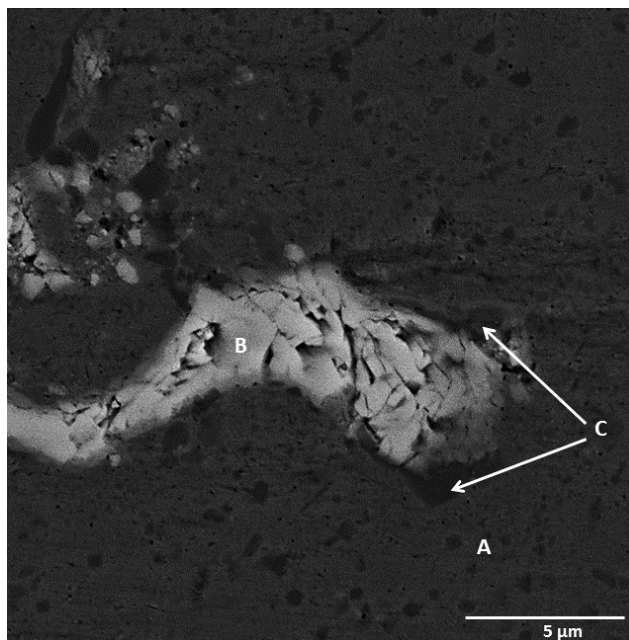


Figura 42 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 512 h, 10,000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

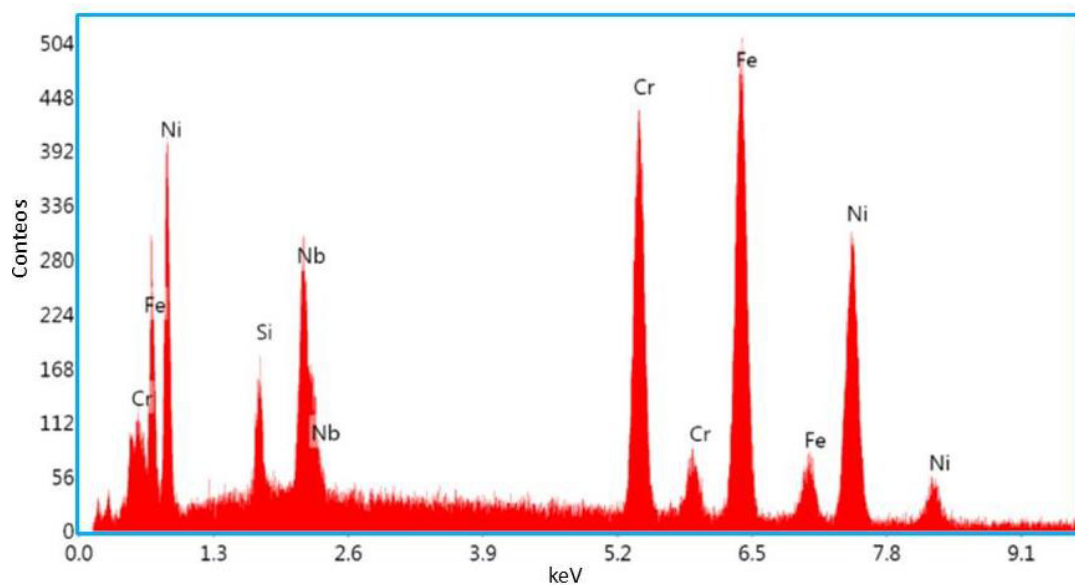


Figura 43 Espectro EDX de la matriz de aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512h.

En la **Figura 44** muestra el espectro obtenido del área de la **Figura 42** marcado con la letra B que se refiere a los carburos claros, los cuales mantienen un alto contenido de niobio, similar a la condición del metal base.

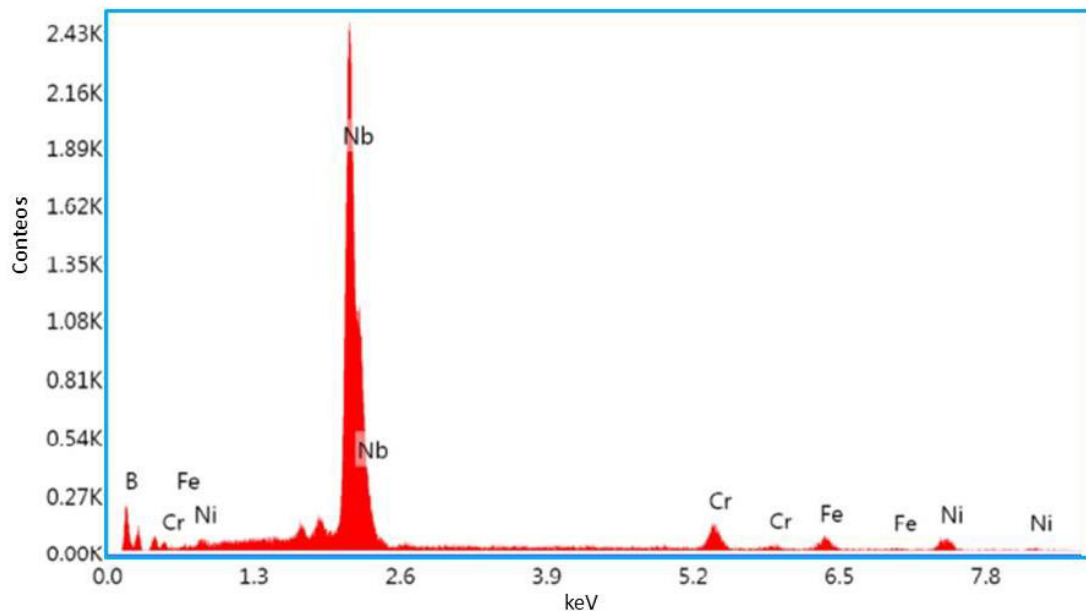


Figura 44 Espectro EDX de los carburos claros de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512 h.

Mientras que la **Figura 45** contiene el espectro de carburos secundarios señalados con la letra C, y se puede observar que el contenido de silicio es mayor, así como su alto contenido de cromo y niobio, ya que los carburos primarios se empiezan a transformar y en esta imagen es evidente su formación en las orillas de los carburos de niobio.

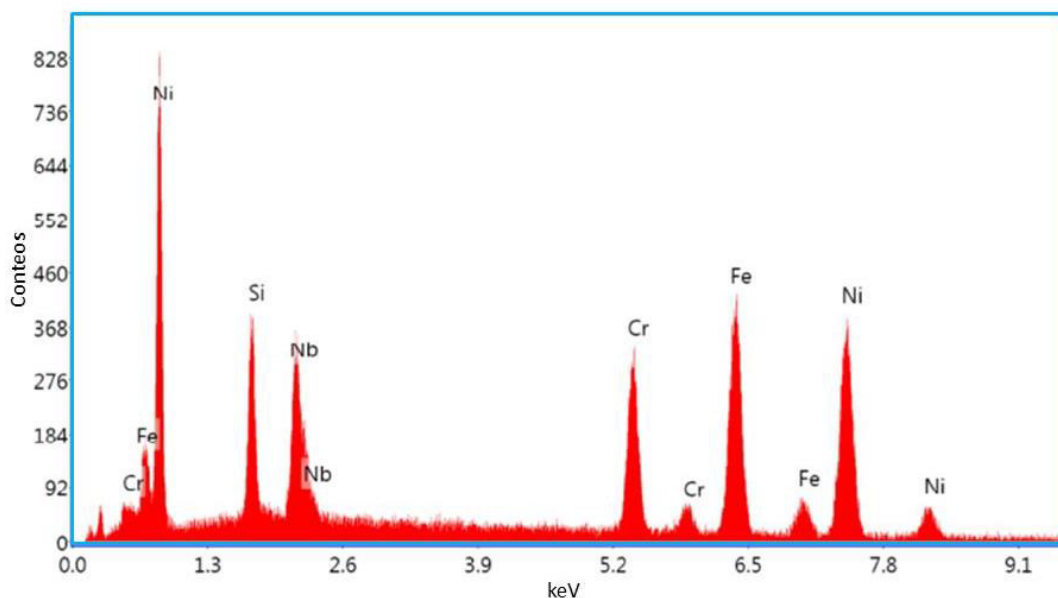


Figura 45 Espectro EDX de los carburos secundarios de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512 h.

En la **Figura 46** se muestra el análisis lineal del punto marcado con x al punto y, donde muestra con mayor claridad los contenidos de niobio en los carburos primarios claros, mientras que en los carburos secundarios oscuros, el contenido de cromo es mayor. También es importante resaltar el contenido de silicio se ve un incremento en la frontera de los carburos de niobio, lo que pudiera indicar el inicio de la formación de la fase G [12, 11, 13, 14, 15].

La **Figura 47** muestra el análisis mediante EDX de los carburos primarios oscuros que se aprecian en la micrografía, donde el carburo resultó ser rico principalmente en cromo, similar a lo que se obtuvo en la condición base de la aleación HR32.

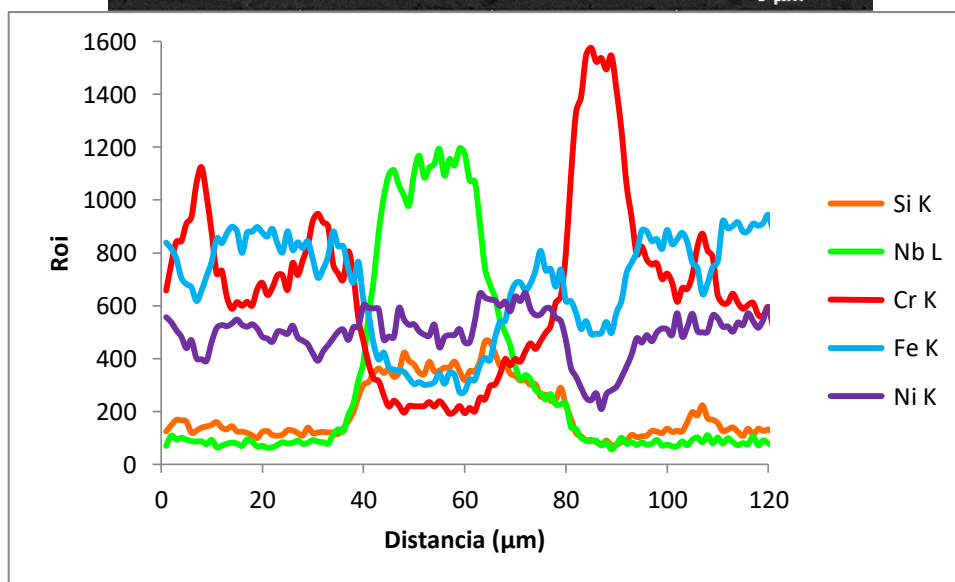
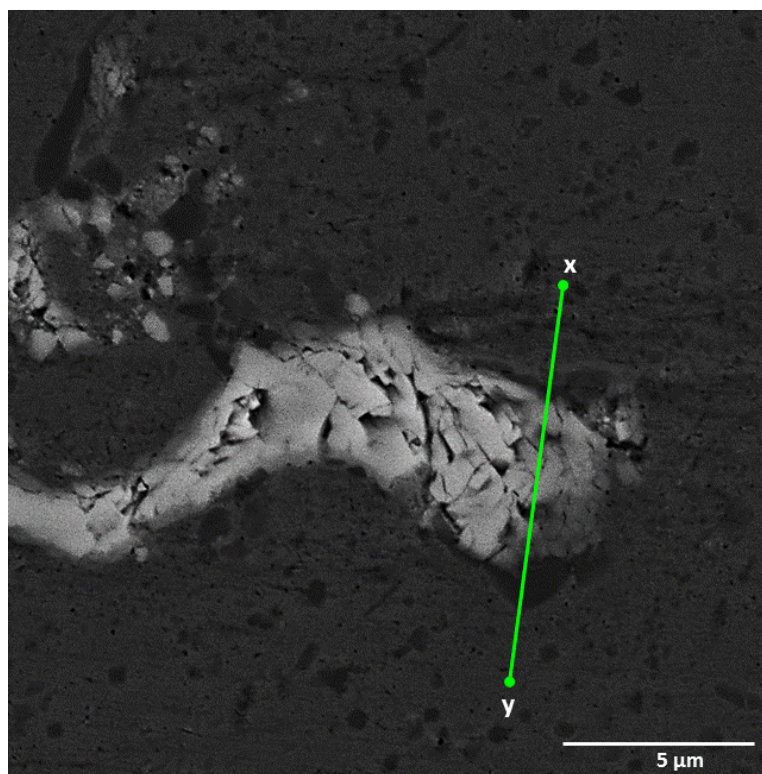


Figura 46 Análisis lineal por EDX carburo claro aleación HR32 envejecida a 750°C durante 512h.

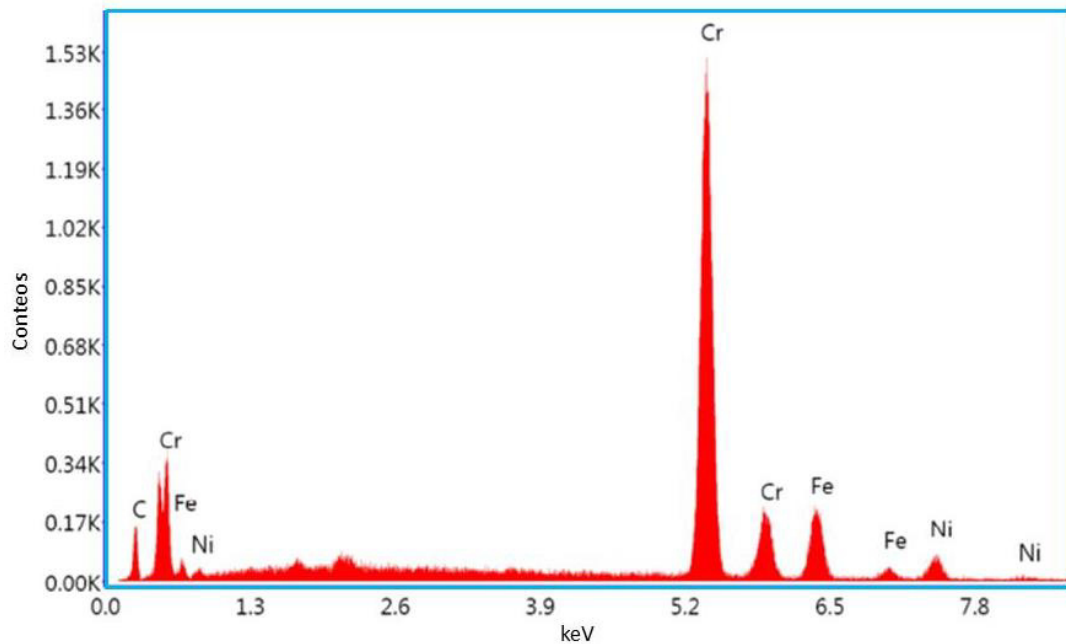
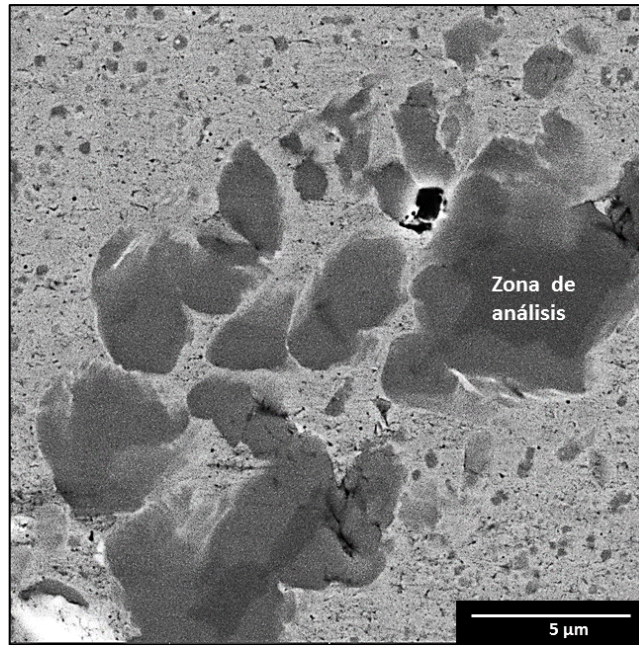


Figura 47 Espectro EDX de los carburos oscuros de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512 h.

La **Figura 48**, con 10,000X, muestra la aleación HR32 envejecida a 750°C por 1024 h, la cual fue utilizada para el análisis EDX. En las **Figuras 49** y **50** aparece el espectro de los carburos claros y oscuros de la aleación HR32 envejecida a 750°C por 1024 h, respectivamente (marcados con la letra B y C).

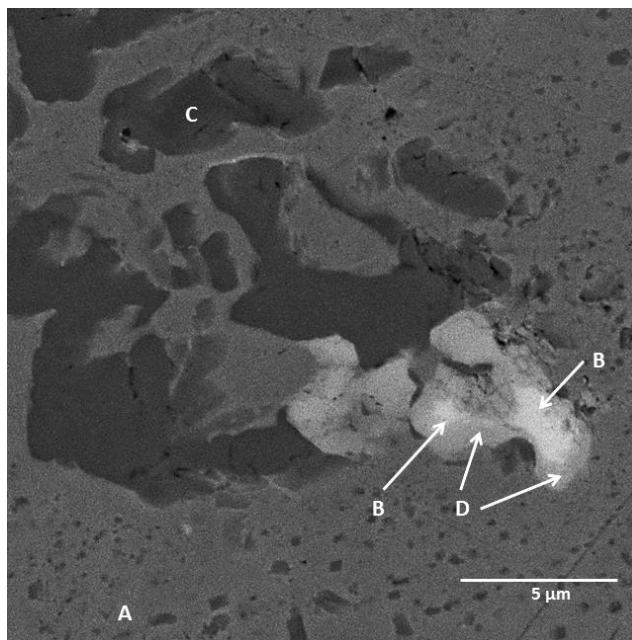


Figura 48 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 1024 h, 10,000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

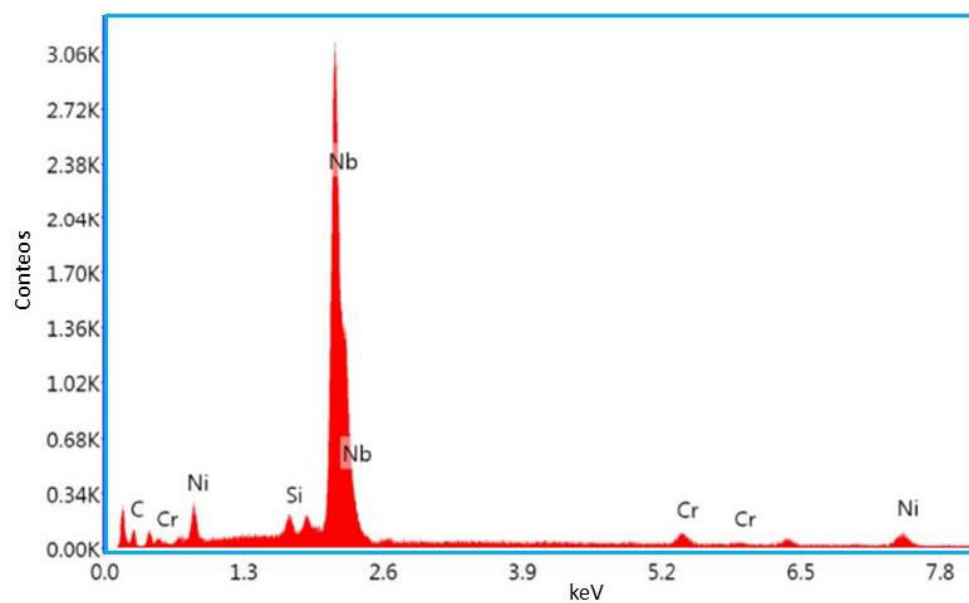


Figura 49 Espectro EDX de los carburos claros de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 1024 h.

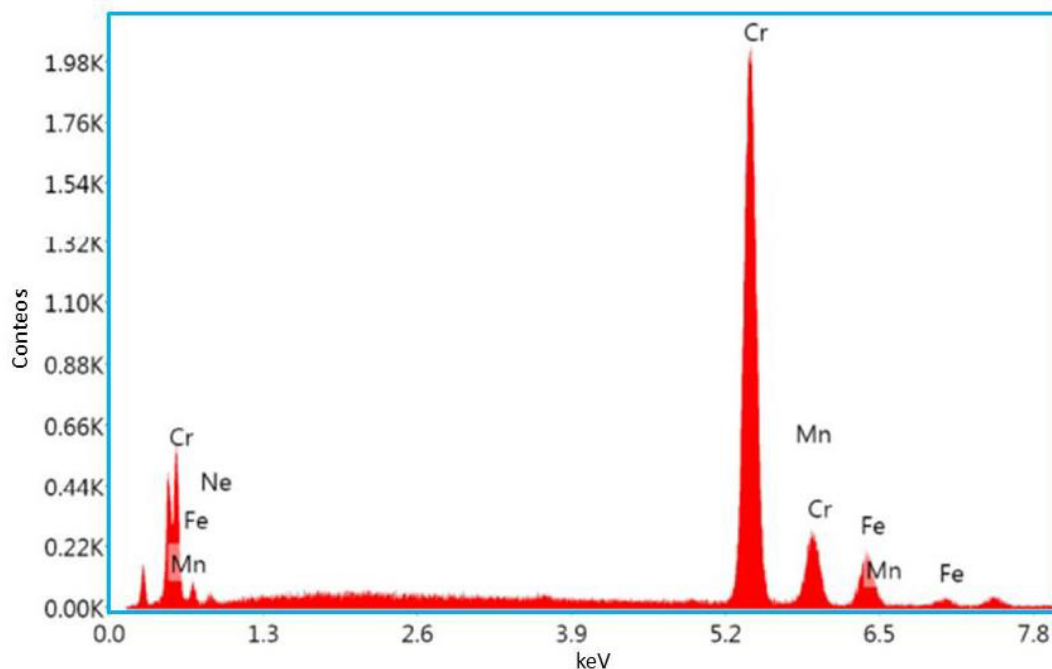


Figura 50 Espectro EDX de los carburos oscuros de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 1024 h.

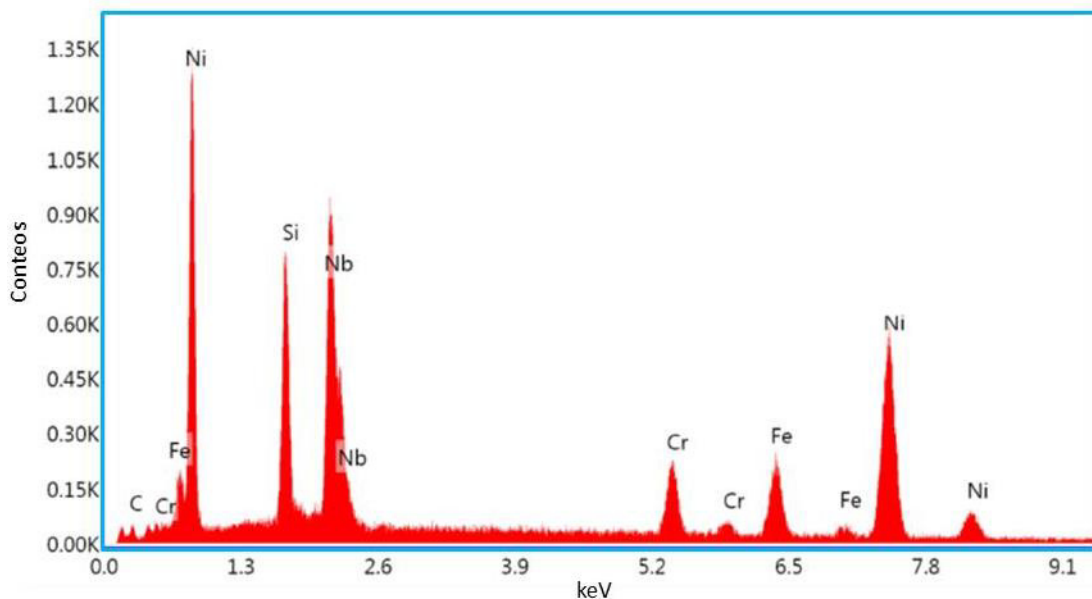


Figura 51 Espectro EDX de nueva fase de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 1024 h.

La **Figura 51** muestra el espectro de la fase marcada con la letra D en la **Figura 48**, en la cual se puede observar su alto contenido de níquel, silicio y niobio. La formación de esta fase parece ser una transformación de los

carburos primarios de niobio ya que aparece alrededor de estos. Su composición se puede confirmar en la gráfica de la **Figura 52**, del punto x al punto y, donde es evidente los picos altos de silicio en las inmediaciones de los carburos de niobio.

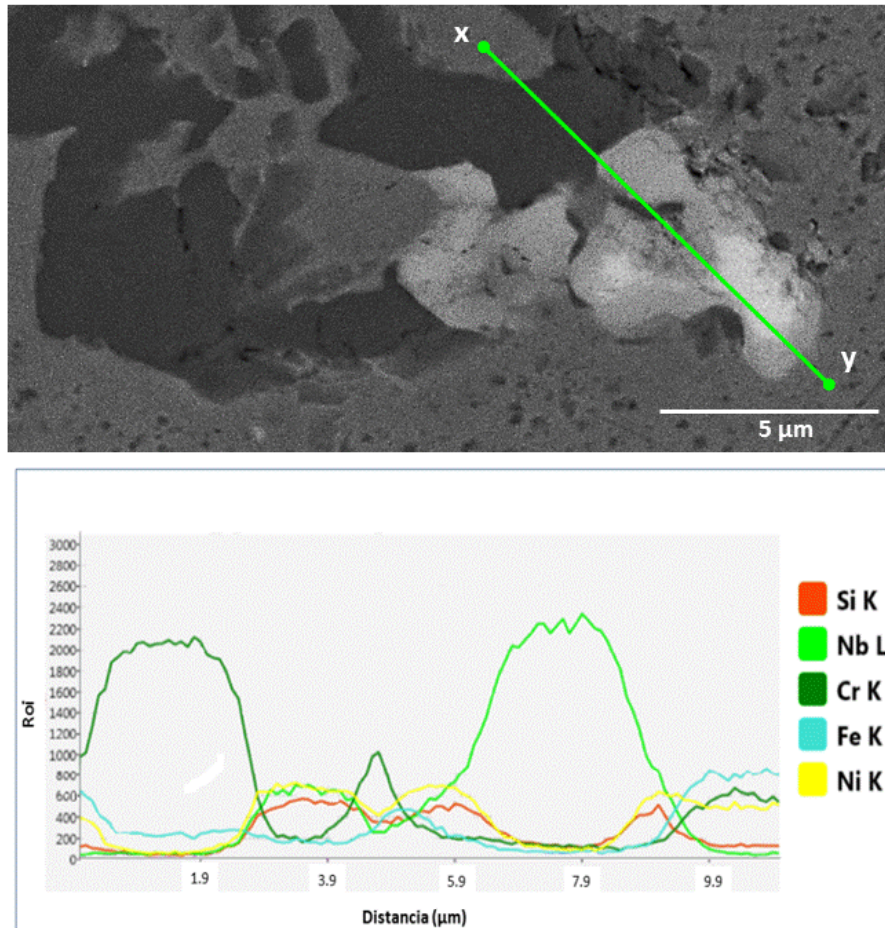


Figura 52 Análisis lineal por EDX de los carburos presentes en la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 1024 h.

Las observaciones realizadas permiten establecer lo siguiente:

- El espectro de la **Figura 49** confirma la composición de los carburos primarios claros del tipo NbC que se mantienen desde la condición de vaciado y tienen composición similar a lo reportado [12, 11, 13, 14, 15].

- La **Figura 50** muestra el análisis mediante EDX de los carburos oscuros y que debido al contenido de cromo se pudiera decir que pertenecen al tipo Cr_7C_3 , con referencia a trabajos previos [12, 11, 13, 14, 15]. Estos carburos no cambian, permanecen igual. Mientras que los que los carburos secundarios que se forman son del tipo M_{23}C_6 .
- En la **Figura 51** se presenta un análisis mediante EDX de una partícula la cual pudiera ser un siliciuro de níquel niobio con estequiometría del tipo $\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$ o $\text{Nb}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$ [12, 11, 13, 14, 15], en base a la similitud en la composición química presentada con anterioridad, donde esta transformación se lleva a cabo por la difusión de silicio y níquel de la matriz y del carbono que termina formando carburos secundarios ricos en cromo del tipo M_{23}C_6 (Ver **Figura 53**).

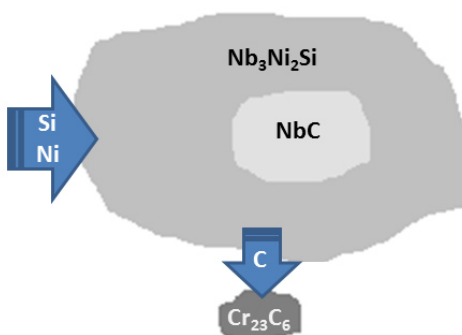


Figura 53 Esquema de la transformación de carburos primarios NbC a $\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$ que ocurre en la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 1024 h.

4.2.4 Análisis de imagen

Con la recopilación de imágenes de microscopía electrónica (SEM) con electrones retrodispersados (BE), en donde es evidente la diferencia de tonalidades de las diferentes fases presentes, se procedió a realizar un análisis de imagen, usando el programa Image J, para determinar el porcentaje de fases presentes de la aleación HR32 en su condición de vaciado y su comparativo a 750°C y en 2 periodos de tiempo de envejecimiento para cada temperatura:

después de 512 y 1024 h. En la **Figura 54** se presenta la gráfica que muestran estos resultados.

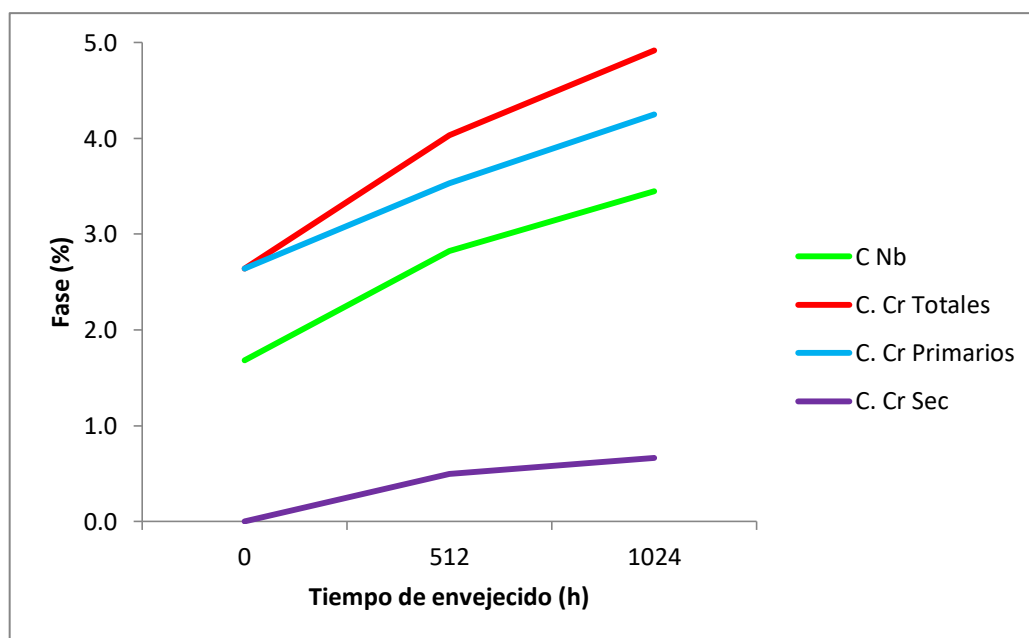


Figura 54 Proporción de las fases presentes en la aleación HR32 con distintos periodos de envejecimiento a 750°C.

Debido a que en la condición de vaciado de la aleación HR32 se determinó la presencia de carburos primarios eutécticos de dos tipos: los claros compuestos principalmente de niobio y los oscuros principalmente de cromo, los carburos secundarios oscuros no aparecen en esta condición. Mientras que al ir incrementando el tiempo de envejecimiento empiezan a aparecer carburos secundarios en la matriz de austenita, es por esto que para el análisis se consideró la diferencia entre los carburos primarios oscuros y los secundarios, para poder medir el incremento de fases.

Con referencia a la fase de tonalidad intermedia (que se empieza a notar después de 500 h de tratamiento), no fue posible hacer un análisis del incremento del porcentaje de fase, debido a que la diferencia de tonalidad no es perceptible a los aumentos utilizados para el análisis de imagen. Sin embargo, en base a la imagen de la **Figura 48** (letra D), el análisis lineal EDX (**Figura 52**), así como a trabajos anteriores [11, 13, 12], donde se analiza la

transformación de los carburos primarios NbC a un siliciuro durante el tratamiento térmico de envejecimiento, del cual se hace referencia de diferentes estequiometrias reportadas en trabajos anteriores [12, 11, 13, 14, 15] , y que esta transformación va de afuera hacia adentro del carburo NbC, se puede concluir que la cantidad de fase que se ve en la gráfica de la **Figura 54**, es la suma del carburo NbC y de la fase G, el incremento con el tiempo de envejecimiento de la cantidad de fase más clara se debe al crecimiento que se presenta por difusión no descrita en trabajos anteriores [12].

Otro punto importante a resaltar para confirmar la formación de la fase G a partir de carburos primarios NbC es la composición química del material reportada en la **Tabla 5**, similar a trabajos anteriores [11, 13, 12], donde el silicio promueve la formación de la fase G, mientras que el titanio la inhibe, aun cuando la aleación HR32 de esta investigación solo contiene 0.01% de titanio y 1.8% de silicio, existen estudios anteriores como el presentado por L.H. de Almeida y colaboradores [16] donde se comparan dos aleaciones, la primera sin contenido de titanio y la segunda con 0.04% de titanio, y como el titanio impide que el siliciuro avance completamente al centro del carburo de niobio al no poder ser disuelto por la fase G.

4.2.5 Caracterización de microdureza

Se realizó la toma de microdureza de la aleación HR32 tanto en su condición de vaciado, como a 750°C con periodos de 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 h. En la **Figura 55** se muestra la gráfica con estos resultados:

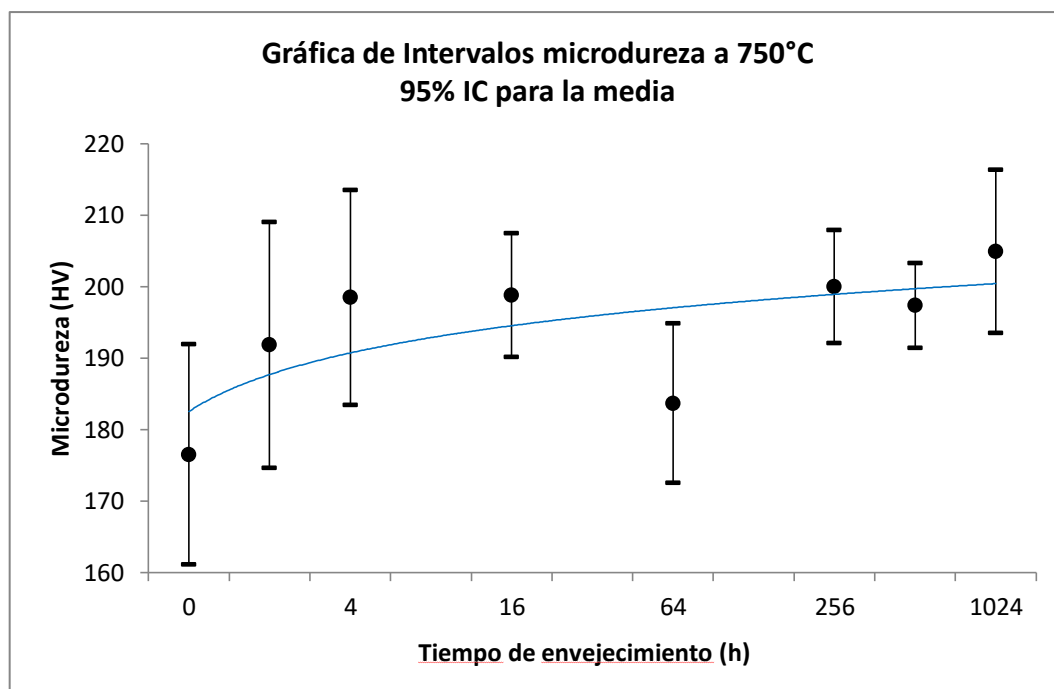


Figura 55 Gráfica de microdureza de la aleación HR32 en los diferentes tiempos de envejecimiento.

Con diferencia a trabajos anteriores [12, 13], el incremento en la microdureza HV es solamente de 17% en comparación del 50%. Esto se puede deber a la composición química de la aleación, así como al proceso de vaciado, lo cual pudiera afectar sus propiedades mecánicas. Sin embargo, es necesario continuar la investigación en las propiedades mecánicas del material bajo diferentes condiciones de tratamiento térmico para concluir de manera adecuada. También es importante resaltar el incremento de dureza, de tendencia constante, que se presenta de 2 a 16 h de tratamiento, similar a lo reportado anteriormente [12, 13, 15], sin embargo, la dureza se reduce en las 64 h para continuar el incremento hasta completar las 1024 h de tratamiento.

Existe referencia de trabajos anteriores [12, 11, 13, 15], donde se analizan periodos 500 y 1000 horas [12], incluso con 168 horas de exposición [15], pero no se encontró evidencia en la literatura de periodos por debajo de esto, bajo las mismas condiciones de tratamiento térmico, por lo que es importante resaltar este comportamiento y reforzar el estudio con un mayor análisis sobre las propiedades mecánicas del material.

4.3 CARACTERIZACIÓN DE LA ALEACIÓN HR32 ENVEJECIDA A 950°C POR DISTINTOS PERIODOS DE TIEMPO HASTA COMPLETAR 1024h.

A continuación se muestran los resultados de la caracterización de la aleación HR32 con un tratamiento de envejecimiento a 950°C durante 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 h.

4.3.1. Microscopía óptica

Las siguientes imágenes fueron obtenidas mediante microscopía óptica sin ataque y utilizando luz polarizada, en ellas se muestra su evolución microestructural en los diferentes tiempos de tratamiento térmico de envejecimiento.

Como se observa en la **Figura 56**, la precipitación de carburos secundarios inicia desde las 2 horas de envejecimiento, y los carburos redondeados, blancos y brillantes del tipo $M_{23}C_6$ que aparecen claramente hasta las 4 horas de tratamiento de envejecimiento a 750°C, aquí aparecen antes, por lo que se confirma que la temperatura afecta directamente la precipitación de carburos. Esta precipitación de carburos continúa en la **Figura 57**, durante 4 horas de tratamiento térmico.

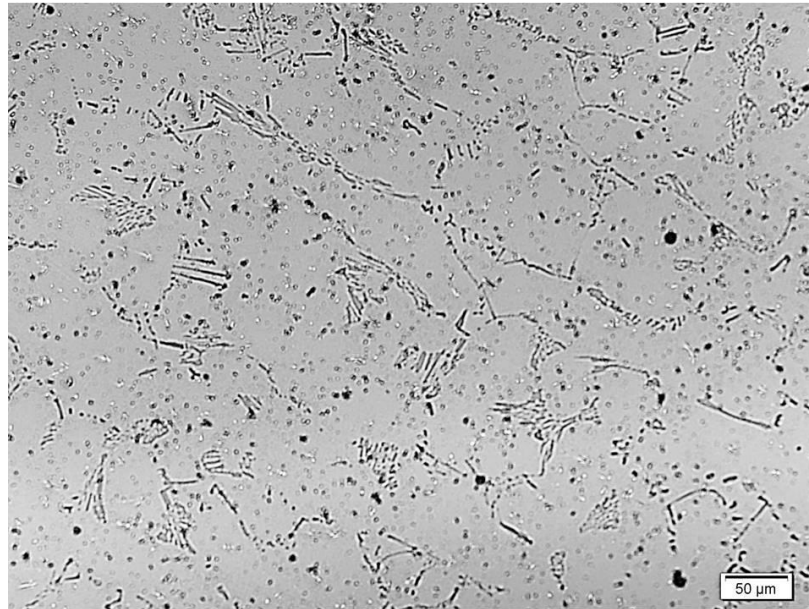


Figura 56 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 2 h, 200X.



Figura 57 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 4h, 200X.

A partir de la **Figura 58**, con 16 horas de envejecida, la presencia de los carburos finos alrededor de los carburos primarios es evidente y se va incrementando conforme avanza el tratamiento térmico, en la **Figura 59**, con 64 horas, la forma de los carburos primarios se empieza a redondear.

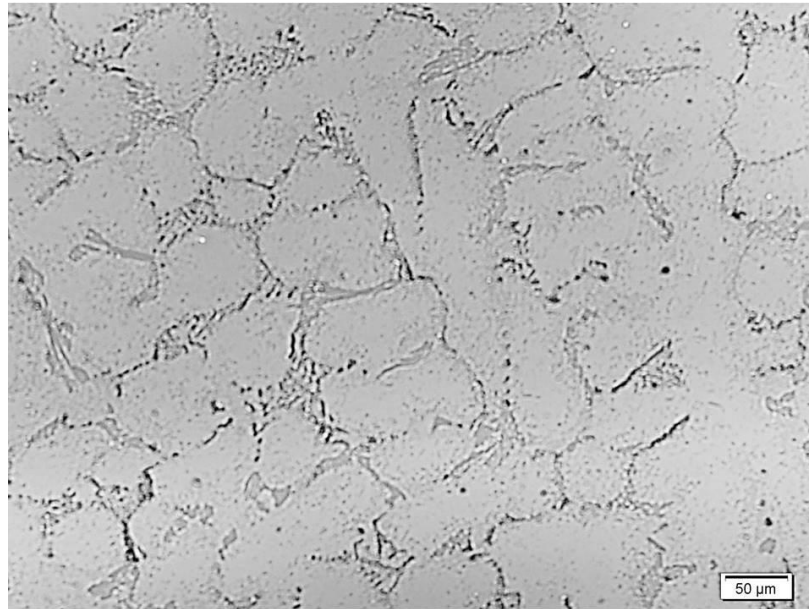


Figura 58 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 16h, 200X.



Figura 59 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 64h, 200X.

Las imágenes a partir de la **Figura 60**, presentan muchas similitudes, ya que la precipitación de carburos en la matriz de austenita parece haber llegado a una saturación, **mientras que los carburos primarios cada vez se observan más redondeados** como se muestra en las **Figuras 61 y 62**, con 512 y 1024 horas de envejecimiento respectivamente.

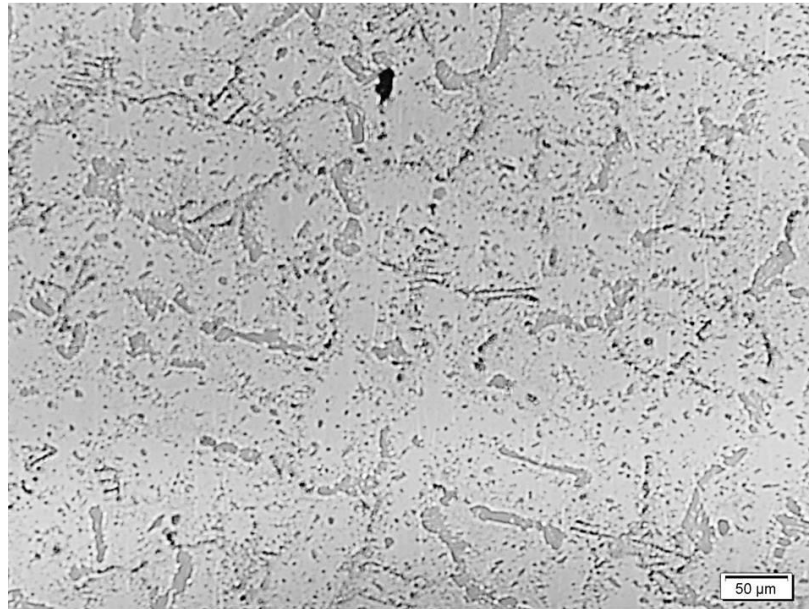


Figura 60 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 256h, 200X.

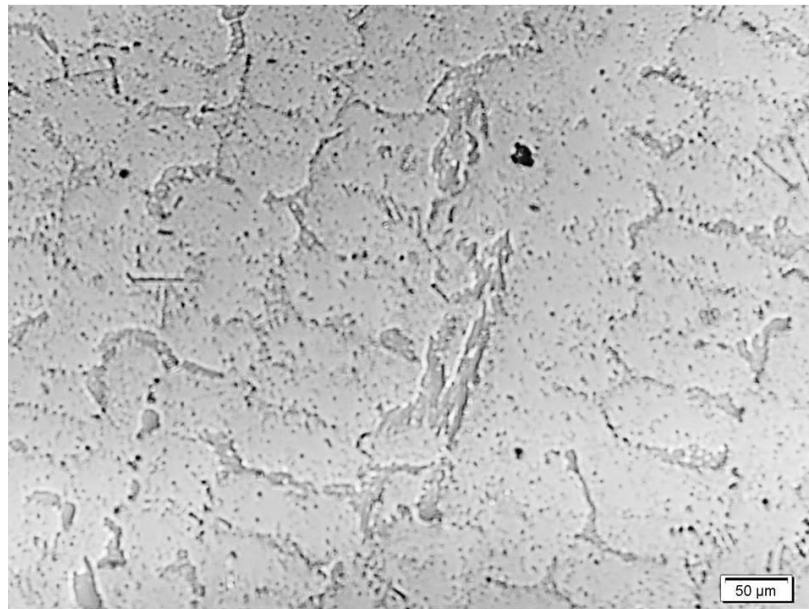


Figura 61 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512h, 200X.

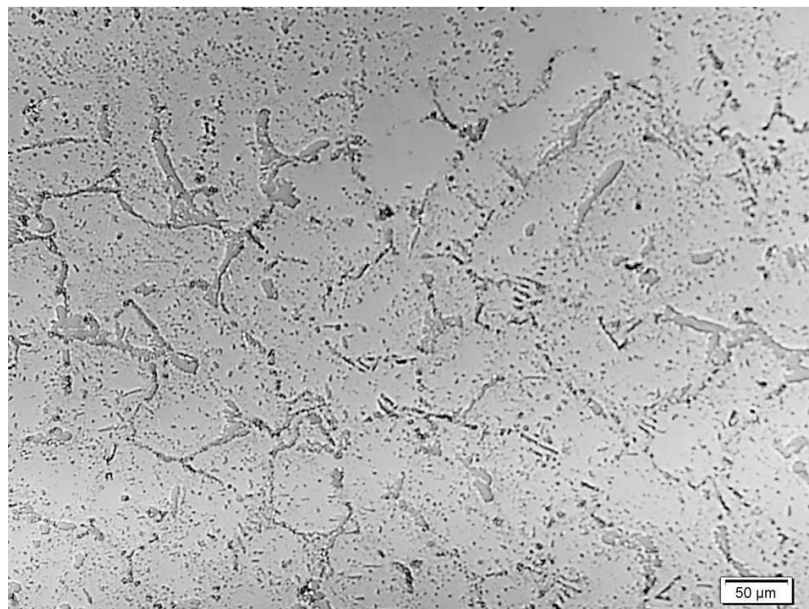


Figura 62 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 1024 h, 200X.

4.3.2 Microscopía electrónica.

Al igual que en las muestras con tratamiento de envejecimiento de 750°C, para las de 950°C se decidió incluir imágenes por microscopía electrónica de barrido (SEM), con electrones retrodispersados (BE), con envejecimiento de 4, 512 y 1024 h para efecto comparativo y de análisis.

En la **Figura 63**, con 4 h de envejecimiento, aparece una mayor cantidad de precipitados finos en la matriz de austenita, comparada con la muestra de 4 h a 750°C, y además es más clara la presencia de 2 tonalidades de estos precipitados (claros y oscuros), esto puede ser debido a que los carburos claros inician el cambio de morfología desde muy cortos periodos de tiempo.

En la **Figura 64**, con 512 h de tratamiento de envejecimiento, se muestran con A y B, los carburos primarios eutécticos que están presentes desde su condición de vaciado, pero aparece una nueva fase, que se muestra con la letra C, con una coloración intermedia. La presencia de precipitados finos de 2 coloraciones aún está presente, aunque algunos ya presentan un

mayor tamaño y diferentes direcciones y formas, desde redondeadas, hasta alargadas.

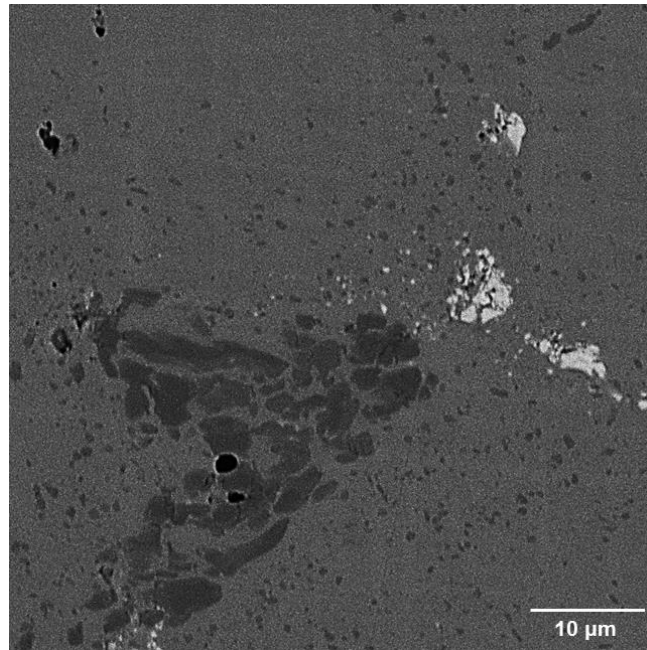


Figura 63 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 4 h, 3500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

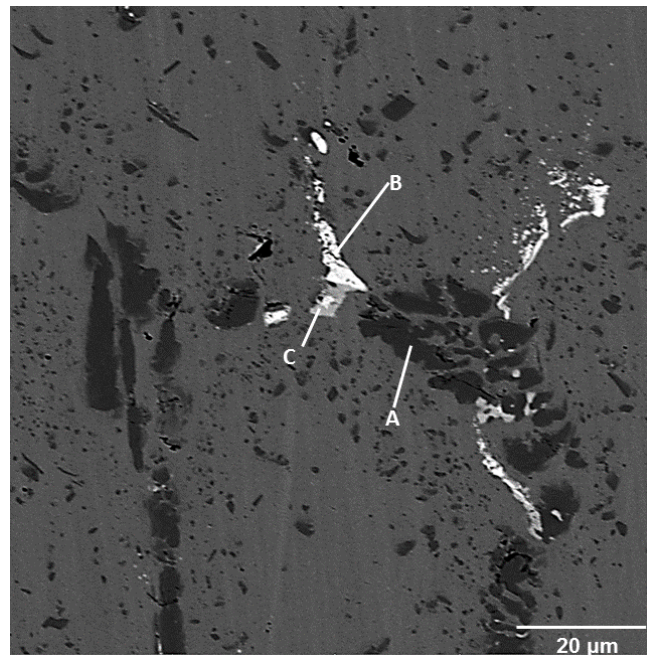


Figura 64 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

En la **Figura 65**, con 1024 h de envejecimiento, la fase intermedia (marcada con la letra D) ya aparece con una coloración similar a la de los carburos oscuros (letra C) y parece rodear los carburos claros (letra B) casi en su totalidad, además, estos aparecen más redondeados. La presencia de carburos secundarios es de mayor tamaño y se ven zonas sin la presencia de ellos, como puede ser entre los carburos claros (matriz marcada con la letra A), de manera similar a lo reportado en trabajos anteriores [12, 13], donde la zona cercana a los carburos primarios oscuros pareciera estar libre de precipitación secundaria.

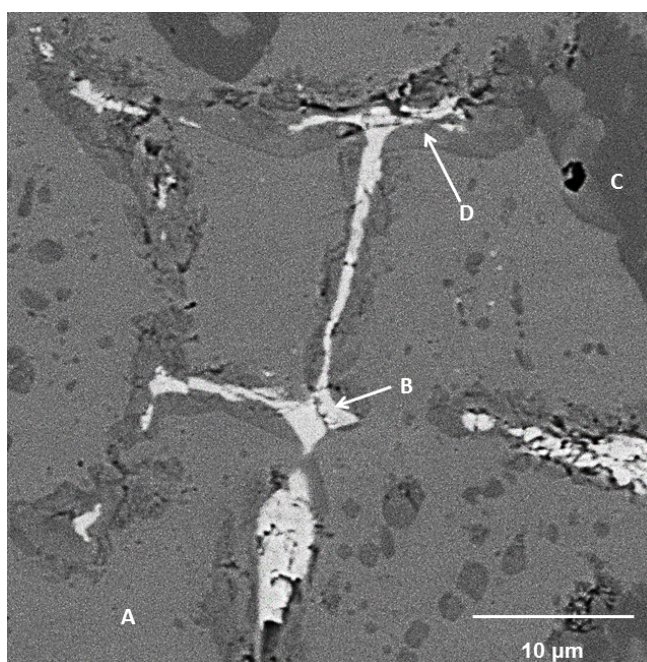


Figura 65 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

4.3.3 Espectroscopía de rayos X

De la **Figura 64** se realizaron 2 espectros para confirmar la composición de la fase marcada con la letra B que corresponde a los carburos de niobio y este se muestra en la **Figura 66**. Mientras que la fase G que se muestra con la letra C, del espectro de la **Figura 67**, se observa el alto contenido de níquel, silicio y niobio principalmente.

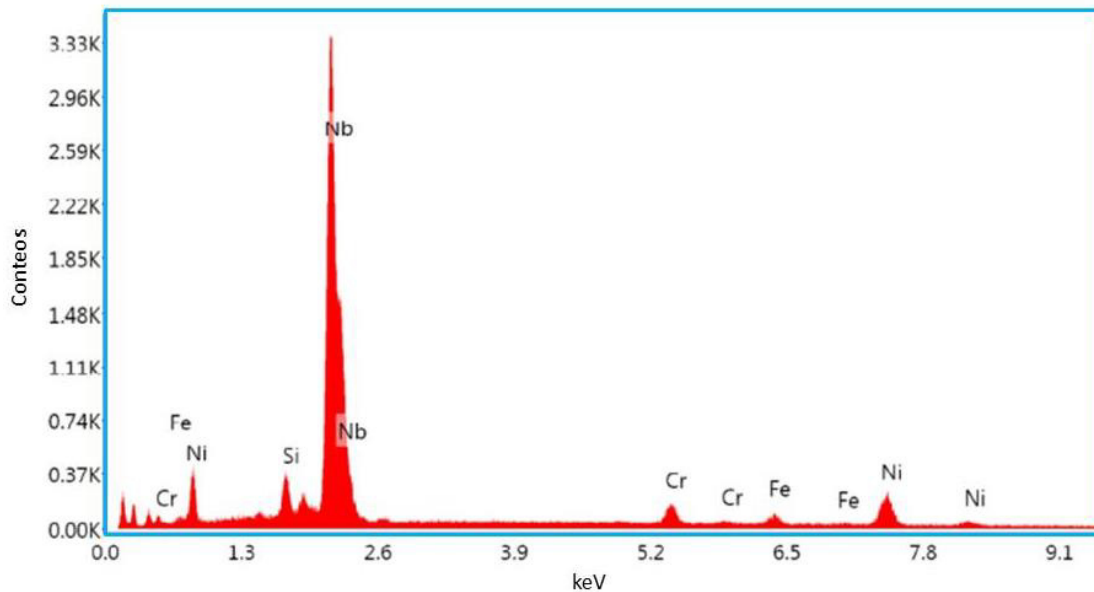


Figura 66 Espectro EDX de los carburos de niobio, de color claro en la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512 h.

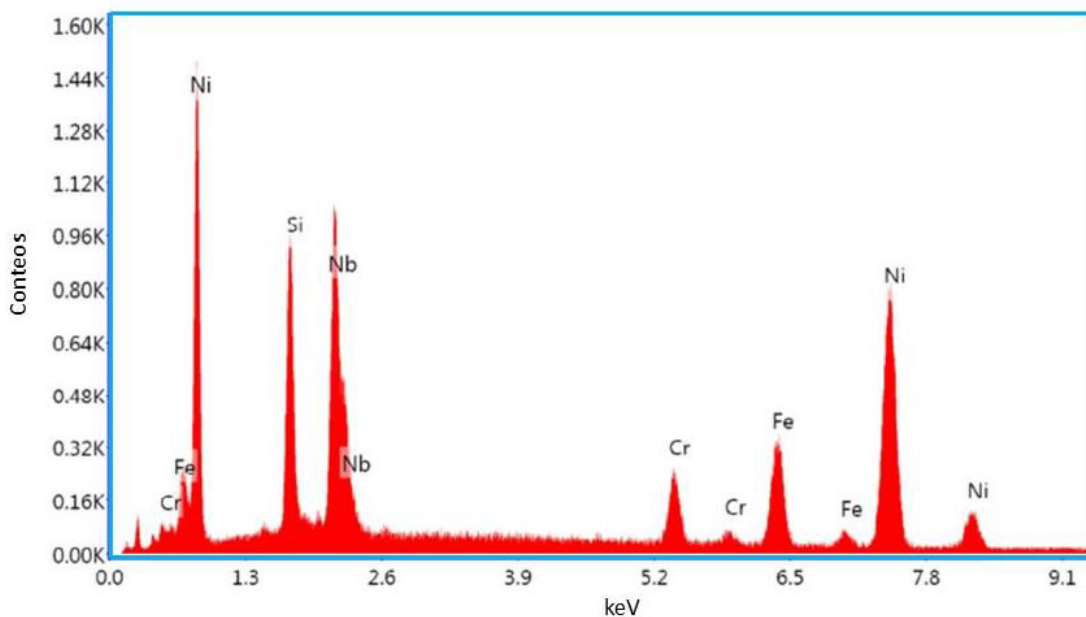


Figura 67 Espectro EDX de la fase $\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$ presente en la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512 h.

Para confirmar la distribución de los elementos químicos en los diferentes carburos se realizó un análisis EDX lineal, del punto x al punto y, que se presenta en la **Figura 68**, la cual muestra los picos de niobio y cromo para los carburos claros y oscuros, respectivamente, y se mantiene la condición del

crecimiento de la fase G en las periferias de los carburos de niobio, ya que el silicio y el níquel se incrementa en estos puntos.

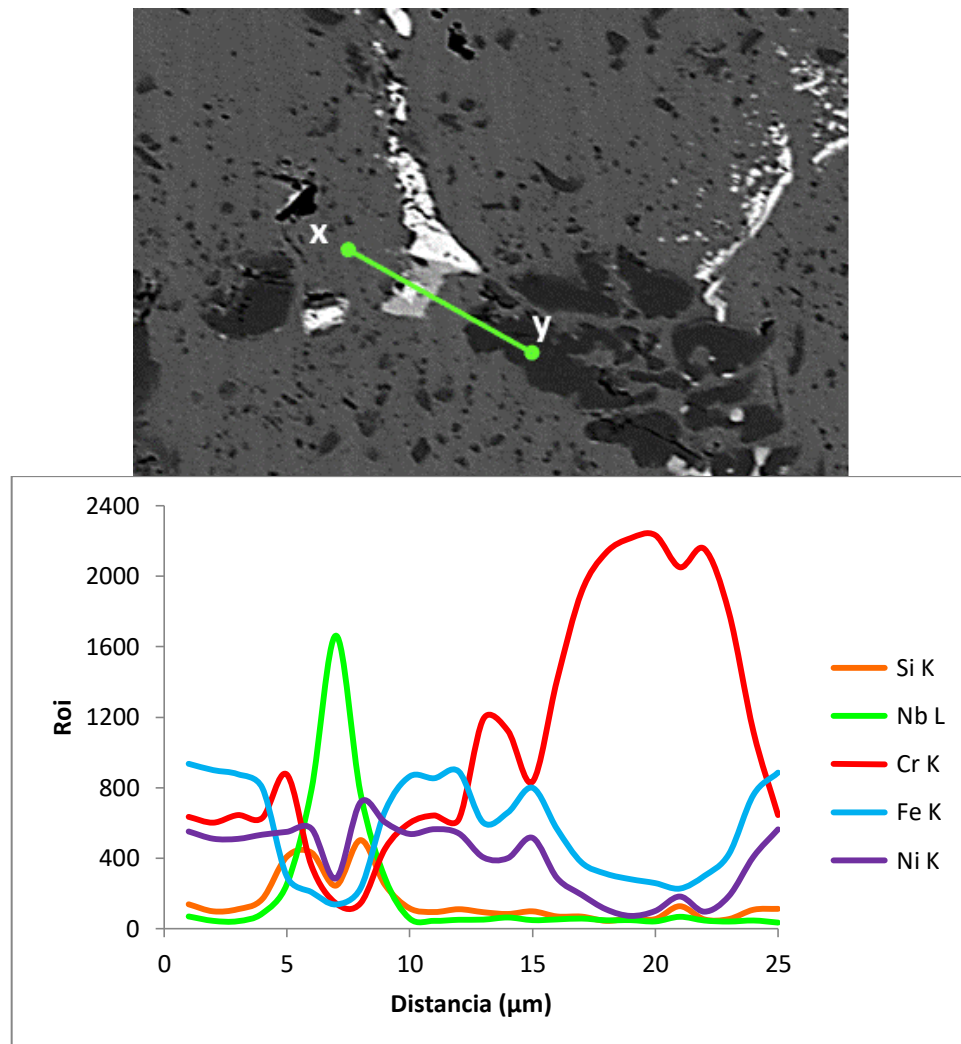


Figura 68 Análisis EDX lineal de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512h.

De la misma manera que en el envejecimiento a la temperatura de 750°C, se deduce que los carburos claros pertenecen al tipo NbC, mientras que los carburos oscuros primarios pertenecen al tipo M_7C_3 , los carburos oscuros secundarios pertenecen al tipo $M_{23}C_6$, y la fase de coloración intermedia pudiera ser un siliciuro con estequiometría Nb_3Ni_2Si o $Nb_6Ni_{16}Si_7$ [12, 11, 13, 14, 15], similar a lo reportado con anterioridad.

La **Figura 69** muestra el análisis EDX lineal del punto x al punto y. Se puede observar como los contenidos de silicio y niobio del siliciuro se incrementan en las periferias de los carburos de niobio debido a que a 1024 horas ya los rodean completamente.

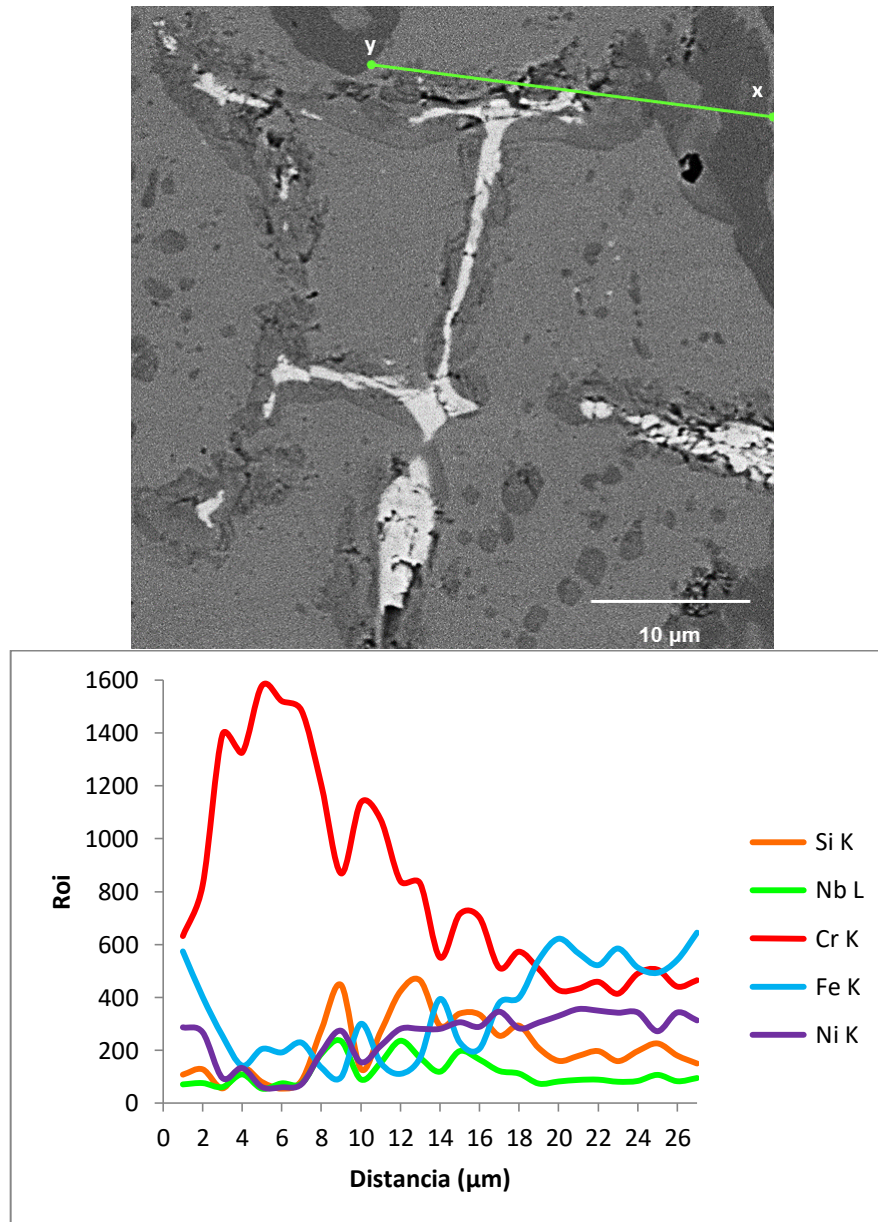


Figura 69 Análisis EDX lineal de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 1024h.

4.3.4 Análisis de imagen

Al igual que en la aleación HR32 envejecida a 750°C, para la aleación HR32 envejecida a 950°C, se recopilaban imágenes de microscopía electrónica (SEM) con electrones retrodispersados (BE) y se procedió a realizar un análisis de imagen, usando el programa Image J, para determinar el porcentaje de fases presentes de la aleación HR32 en su condición de vaciado (previamente mostrada) y su comparativo con la temperatura de envejecimiento de 950°C en 2 periodos de tiempo de envejecimiento: después de 512 y 1024 h. En la **Figura 70** se presenta la gráfica que muestra estos resultados:

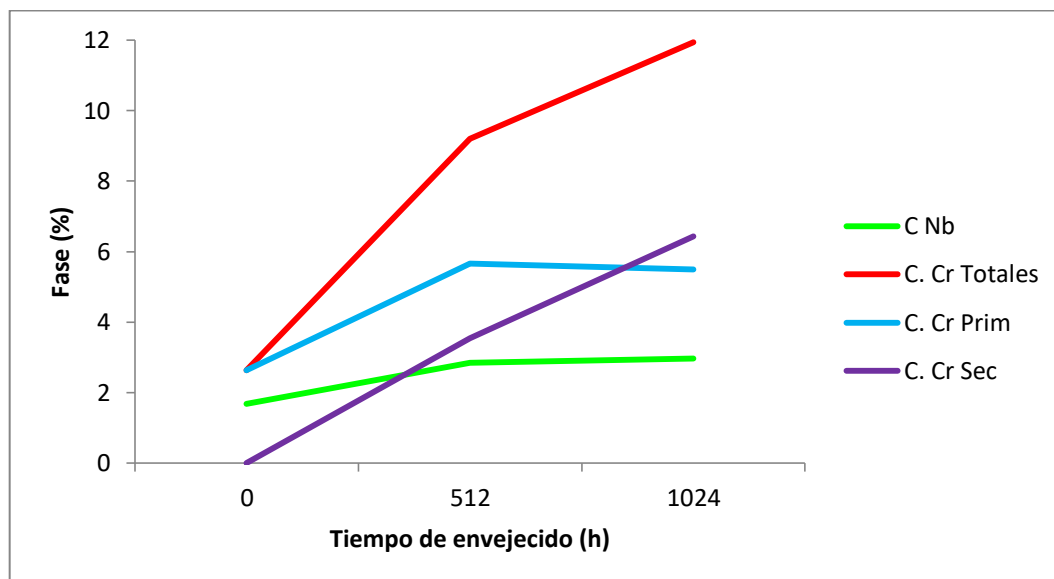


Figura 70 Proporción de las fases presentes en la aleación HR32 envejecida a 950°C por diferentes períodos de tiempo.

Se puede observar una disminución en la cantidad de carburos de cromo primarios después de las 500 h, mientras que el crecimiento de carburos secundarios de cromo es muy alto comparado con lo reportado en estudios anteriores [12, 11] así como con lo reportado en esta investigación referente al tratamiento térmico a 750°C (**Figura 54**).

Es importante resaltar que tanto a 750 como 950°C, la transformación de los carburos primarios se percibe desde periodos muy cortos de tiempo (4 y 2 h para 750 y 950°C) y que esta transformación no concluye en las 1024 h del

estudio para ninguna de las 2 temperaturas, ya que aún se encuentran presentes carburos primarios de niobio y cromo (claros y oscuros respectivamente) en los análisis de fases y esto coincide con lo reportado anteriormente [12, 11, 13, 14, 15].

A diferencia de lo analizado en la temperatura de 750°C de la investigación actual, así como de estudios anteriores [12, 11, 13, 14, 15], se puede observar desde las 4h de tratamiento térmico (**Figura 63**) la solución de los carburos de niobio en la matriz ya que estos se observan en las fronteras de los mismos como puntos brillantes en forma redondeada, y esto se confirma al comparar las gráficas del contenido de fases en la **Figura 54** (envejecida a 750°C) y la **Figura 70** (envejecida a 950°C), en la primera existe un incremento en el contenido de carburos de niobio y fase G al incrementar el periodo de tratamiento térmico, mientras que en la segunda pudiera decirse que después de las 500 h éste se mantiene estable.

4.3.5 Caracterización de microdureza

Se realizó la toma de dureza de la aleación HR32 tanto en su condición de vaciado (previamente presentada), y su comparativo con 950°C con periodos de 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 h. En la **Figura 71** se muestran los resultados:

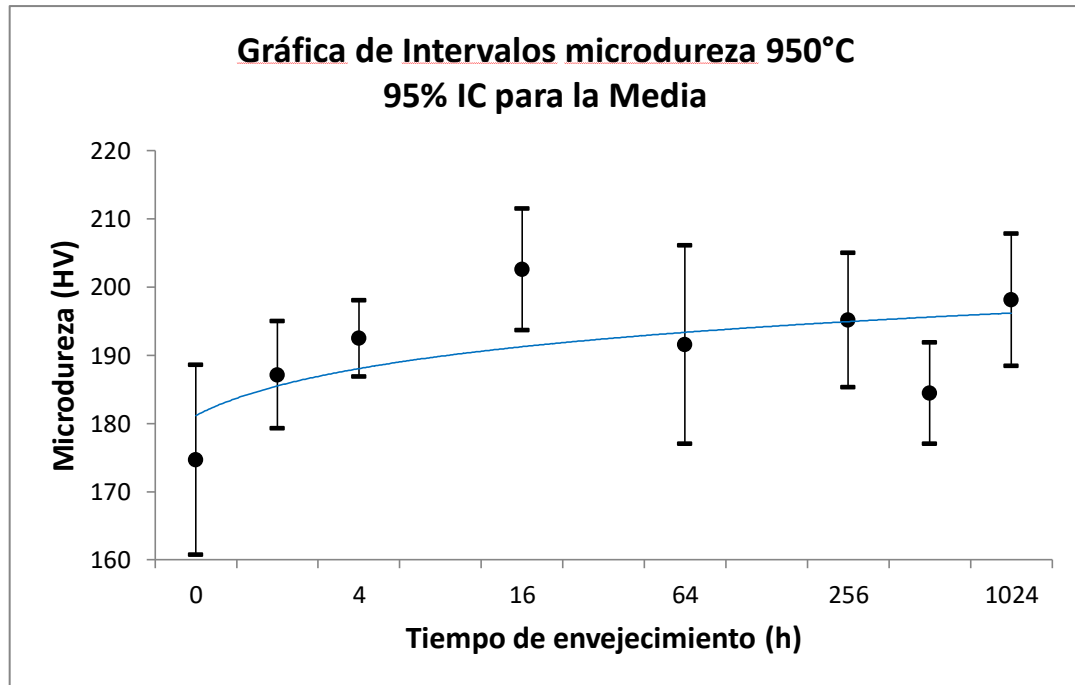


Figura 71 Gráfica microdureza de la aleación HR32 envejecida a 950°C en diferentes periodos de tiempo.

Se observa una tendencia a incrementar la dureza como resultado del tiempo del tratamiento térmico de envejecimiento, similar a lo observado en la **Figura 55** con tratamiento térmico de envejecimiento a 750°.

Adicional a esto, se realizó la comparación de resultados a temperaturas de envejecimiento de 750 y 950°C para determinar si la temperatura tiene influencia en la dureza del material, o si este incremento es dependiente únicamente del tiempo de tratamiento térmico (**Figura 72**).

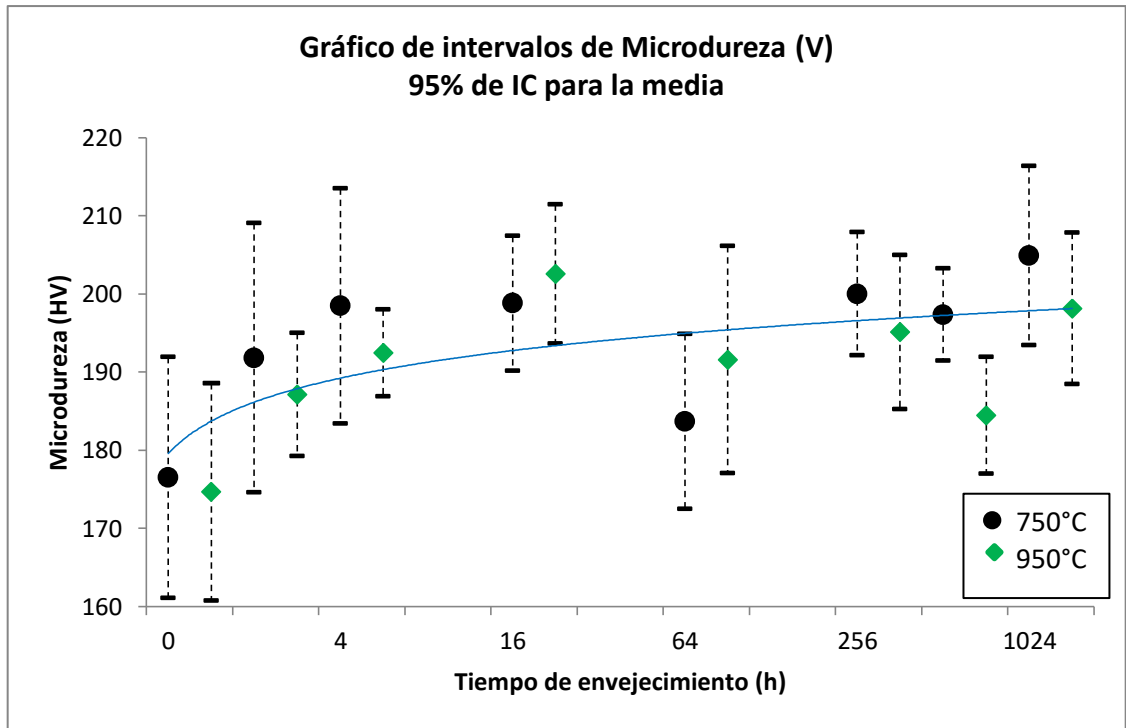


Figura 72 Gráfica de comparación de microdureza para la aleación HR32 con envejecimiento a 750 y 950°C.

Como se observa en **Figura 72**, se puede concluir que el incremento de la dureza depende principalmente del periodo de tratamiento térmico de envejecimiento. Sin embargo, el incremento en la temperatura también tiene afectación en las propiedades mecánicas de la aleación debido a que en todos los periodos de tiempo la microdureza es menor a 950 que a 750°C, con excepción de los periodos de 16 y 64 horas, en donde la microdureza es superior en las muestras de la aleación envejecida a 950°C.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

En esta investigación se analizó el efecto del envejecimiento sobre la microestructura y comportamiento mecánico de la aleación HR32 (18Cr-37Ni). Esta aleación fue sometida a un tratamiento térmico de envejecimiento a dos temperaturas: 750 y 950°C por diferentes periodos de tiempo iniciando con 2 horas y hasta alcanzar 1024 horas. Se analizó la evolución microestructural para determinar las principales transformaciones de fase que ocurrieron, así como su efecto en la microdureza bajo las diferentes condiciones de estudio. Como resultado de esta investigación se pueden obtener las siguientes conclusiones:

- En su condición de metal base la aleación HR32 (18 Cr-37 Ni) presentó una microestructura dendrítica compuesta por una matriz de austenita con una red de carburos primarios interdendríticos. De los resultados de los análisis realizados a esta aleación, se confirmó que la matriz austenítica es rica en cromo, hierro y níquel, así como silicio en solución, mientras que los carburos primarios ricos en cromo del tipo M_7C_3 y los ricos en niobio del tipo NbC. El promedio de la distancia interdendrítica se calculó en 43 μm para la aleación HR32 la cual es más alta que la presentada por Sustaita y colaboradores [11] debido a que la aleación utilizada para esta investigación tiene una condición de vaciado mientras que las aleaciones utilizadas en el trabajo comparativo fueron tubos obtenidos por fundición centrífuga, lo que produce una alta solidificación y elevadas tasas de enfriamiento, reduciendo

el tamaño entre dendritas [12].

- En esta aleación el tratamiento térmico de envejecimiento ocasiona la precipitación de carburos secundarios desde las 4 horas para la temperatura de 950° y a tiempos mayores a 750, lo que produce un incremento en la dureza de la aleación. En general, se puede concluir que una mayor precipitación de carburos secundarios incrementa la dureza de la aleación.
- Se determinó que el incremento en la temperatura tiene afectación en la precipitación de carburos secundarios, mientras que los carburos primarios se transforman. A mayor temperatura de envejecido mayor el tamaño de los carburos secundarios, lo cual reduce la dureza de la aleación comparado con la condición de 750°C.
- Se observó la presencia de un siliciuro del tipo $\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$ o $\text{Nb}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$ a 750°C partir de 500 h de tratamiento, el cual se transforma a partir de los carburos primarios de niobio, favorecido por la presencia de silicio en la matriz. A 950°C, 1024h la presencia del siliciuro rodea completamente los carburos de niobio.
- Se determinó que después de las 1024 h de envejecimiento la transformación de los carburos primarios no termina. Además, se observó que existe un cambio en la forma de los carburos primarios de esqueleto a redondearse en los bordes.
- Aunque existen diferencias en la composición química y el proceso de fabricación entre esta aleación y otras aleaciones resistentes al calor (estudiadas anteriormente), existen similitudes en las transformaciones metalúrgicas que ocurren en el envejecimiento. En particular, la precipitación de carburos secundarios, la transformación de los carburos primarios y en este caso existe la coincidencia de la transformación de los carburos de niobio a un siliciuro del tipo $\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$ o $\text{Nb}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$, debido a la presencia de carbono, niobio y silicio.

RECOMENDACIONES

Con base a esta investigación, se hacen las siguientes recomendaciones para trabajos futuros:

- Profundizar el estudio de esta aleación y validar los efectos de envejecimiento a tiempos cortos sobre el comportamiento mecánico.
- Incluir análisis de difracción de rayos X para validar la presencia y tipo de carburos primarios, la fase G y carburos secundarios en esta aleación, así como sus parámetros de red, con los previamente publicados en la literatura y confirmar su naturaleza.
- Incluir en el análisis de altas temperaturas condiciones como son la alta presión y atmósferas agresivas para acercar la investigación a las condiciones de trabajo bajo las cuales operan este tipo de aleaciones en la industria.
- Mejorar el ataque químico del material para lograr una mayor nitidez en la toma de imágenes de SEM, principalmente para las imágenes con electrones secundarios, y así obtener un mayor contraste de las imágenes y apreciar fácilmente las fases presentes en el material.
- Realizar un mayor análisis en los perfiles lineales obtenidos por espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDX) para determinar parámetros de difusión y crecimiento de los carburos secundarios.
- Integrar una base de datos más amplia del comportamiento mecánico y microestructural de estas aleaciones que sirva a la comunidad científica y a la industria en la selección de aleaciones resistentes al calor.

REFERENCIAS

- [1] «British Stainless Steel Association,» [En línea]. Available: <http://www.bssa.org.uk/topics.php?article=186> SFSA. [Último acceso: 1 Octubre 2016].
- [2] J.R.Davis, ASM Specialty Handbook Stainless Steel, Ohio, USA: ASM International, 1994.
- [3] S. A. Jonh, Corrosion of Stainless Steel, New Jersey: The Electroquimical Society, Inc. Princeton, 1985.
- [4] R. a. J. H. Colombier, Aceros inoxidables y Aceros Refractarios, ed. D. Urmo1965, Francia., Francia: D. Urmo, 1965.
- [5] ASTM-International, Metal Handbook Ninth Edition Vol. 4, in Heat Treating1981, USA: American Society for Metals, 1981.
- [6] ASTM-A781/A781M-99a., Specification for Castings, Steel and Alloy, Common Requirements for General Industrial Use, 2001.
- [7] A. Inchaurrea, Aceros Inoxidables y Aceros Resistentes al Calor, México: Limusa, 1981.
- [8] J. R. Davis, Asm International, Heat-resistant materials, USA: ASM specialty handbook, 1997.
- [9] B. L. George F. Vander Voort and Gabriel M. Lucas, ASM Handbook,

Volume 9: Metallography and Microstructures, ASM International, 2004.

- [10] G. E. Dieter, Mechanical Metallurgy, London: Mc Graw Hill , 1988.
- [11] S. H. R. a. R. C. A. Sustaita Torres, «Aging of Cast 35Cr-45Ni Heat Resistant Alloys With Different Carbon Content,» vol. 5, nº 5, 2016.
- [12] I. S. Torres, Envejecimiento de aleaciones resistentes al calor 35Cr-45Ni alto y bajo carbono, Universidad Autónoma de Nuevo León: Nuevo León, México: Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, 2012.
- [13] S. M. M. d. I. G. E. F. R. I.A.Sustaita, «Aging of a cast 35Cr–45Ni heat resistant alloy,» vol. 133, nº 1018-1023, 2012.
- [14] S. H. A. V. R. J. Rodríguez, «A metallographic study of aging in a cast heat-resisting alloy,» vol. 45, nº 25-32, 2000.
- [15] S. A. y. R. C. J.Rodríguez, «Aging of cast Ni-base heat resisting alloy,» vol. 17, nº 3, 2004.
- [16] A. R. I. L.H. de Almeida, «Microestructural characterization of modified 25Cr-35Ni centrifugally cast steel furnace tubes,» vol. 49, nº 219-229, 2003.
- [17] C. L. A. C. F. A.R.Andrade, «Influence of niobium addition on the high temperature mechanical properties of acentrifugally cast HP alloy,» vol. 628, nº 176-180, 2015.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Influencia del cromo en la corrosión atmosférica de un acero de bajo carbono [3].....	12
Figura 2 Relación de propiedades y composición en familias de aleaciones de aceros inoxidables [2].	14
Figura 3 Contenidos nominales de cromo y níquel en aleaciones resistentes al calor y a la corrosión [6].....	21
Figura 4 Diferencias en contenidos de carbono a) Aleación HT-44 en su condición de vaciado muestra una matriz austenítica con carburos eutécticos que se encuentran en los límites de las dendritas originales (250X), b) Aleación HT-57 en su condición de vaciado, es similar a la imagen a), pero al tener mayor contenido de carbono provoca tener mayor contenido de carburos eutécticos (250X) [9].....	30
Figura 5 TRW-NASA VI A en su condición de vaciado, los bloques claros constituyen la fase primaria γ' , los puntos negros son partículas de carburos, mientras que las áreas moteadas grises son γ' precipitada en la matriz de solución sólida γ . Magnificación 200X [9].....	31
Figura 6 Aleación 713C a) Lingote en su condición de vaciado muestra una estructura de matriz γ de solución sólida con carburos MC en un arreglo dendrítico b) En su condición de vaciado, el arreglo de MC es un patrón interdendrítico y una matriz de solución sólida de γ [9].	34
Figura 7 Haines 25 en una solución de recocido a 1205°C (2200°F) y con envejecimiento por 3400h a 650°C (1200°F), la estructura muestra carburos $M_{23}C_6$ y M_6C en una mezcla de matriz FCC y hexagonal [9].....	35
Figura 8 Haynes 188, a) Rolado en frío y calentada a 815°C (1500°F) durante una hora, la estructura parcialmente recristalizada contiene carburos $M_{23}C_6$ y M_6C en una matriz FCC, b) Rolado en frío y sometida a un recocido a 1175°C (2150°C) durante 10 min, la estructura completamente recocida consiste en partículas M_6C en una matriz FCC [9].....	36

Figura 9 Aleación base cobalto Haynes 21, en su condición de vaciado, la estructura consiste en carburos primarios M_7C_3 en una matriz α (FCC) [9].	37
Figura 10 Barra de U-710 después de un recocido a 1175°C (2150°F) por 4h, la estructura está dispersada de carburos primarios MC y boruros M_3B_2 en una matriz γ , γ' está en solución [9].	38
Figura 11 Aleación 718 sometida a tratamiento de recocido a 1095°C por 1h. La fase Laves se presenta como islas blancas y precipitó en las dendritas de la matriz γ [9].	38
Figura 12 Gran cantidad de fase delta precipitada a través de los planos cristalinos en una aleación 718 que fue sometida a un tratamiento de recocido a 954°C (1750°F) y después a un envejecimiento de 100h a 871°C (1600°F). Magnificación 500X [9].	40
Figura 13 Carburización catastrófica en un componente de aleación Multimet en un horno de carburización de interface refractaria. a) Perforación del componente (flechas), b) Área transversal que muestra picadura severa, c) carburización severa en el área con picadura [8].	43
Figura 14 Material base	45
Figura 15 Diagrama Experimental	47
Figura 16 Tratamientos térmicos aplicados a la aleación HR32 a) Envejecimiento a 750°C, b) Envejecimiento a 950°C	48
Figura 17 Horno utilizado para el tratamiento de envejecimiento	48
Figura 18 Microscopio óptico	50
Figura 19 Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	53
Figura 20 Micro durómetro (actualizar foto)	54
Figura 21 Image J	55
Figura 22 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, a 100X.	57
Figura 23 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, a 200X.	57
Figura 24 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, a 500X.	58

Figura 25 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, 1000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE)	59
Figura 26 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE)	59
Figura 27 Microestructura de la aleación HR32 en su condición de metal base, 10,000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE)	60
Figura 28 Espectro EDX de la matriz de la aleación HR32 en su condición de metal base	61
Figura 29 Espectro EDX obtenido de los carburos claros de la aleación HR32, en su condición de metal base	62
Figura 30 Espectro EDX de los carburos oscuros de la aleación HR32, en su condición de metal base	62
Figura 31 Análisis lineal EDX de la aleación HR32 en su condición de metal base.....	63
Figura 32 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 2 h, 200X.	65
Figura 33 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 4 h, 200X.	65
Figura 34 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 16h, 200X.	66
Figura 35 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 64h, 200X.	66
Figura 36 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 256h, 200X.	67
Figura 37 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 512h, 200X.	67
Figura 38 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 1024 h, 200X.	68

Figura 39 Microestructura de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 4h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE)	69
Figura 40 Microestructura de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE)	69
Figura 41 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE)	70
Figura 42 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 512 h, 10,000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	71
Figura 43 Espectro EDX de la matriz de aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512h.	71
Figura 44 Espectro EDX de los carburos claros de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512 h.....	72
Figura 45 Espectro EDX de los carburos secundarios de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512 h.....	73
Figura 46 Análisis lineal por EDX carburo claro aleación HR32 envejecida a 750°C durante 512h.....	74
Figura 47 Espectro EDX de los carburos oscuros de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 512 h.....	75
Figura 48 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 1024 h, 10,000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	76
Figura 49 Espectro EDX de los carburos claros de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 1024 h.....	76
Figura 50 Espectro EDX de los carburos oscuros de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 1024 h.....	77
Figura 51 Espectro EDX de nueva fase de la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 1024 h.....	77
Figura 52 Análisis lineal por EDX de los carburos presentes en la aleación HR32 envejecida a 750°C durante 1024 h.....	78
Figura 53 Esquema de la transformación de carburos primarios NbC a Nb ₃ Ni ₂ Si que ocurre en la aleación HR32, envejecida a 750°C durante 1024 h.	79

Figura 54 Proporción de las fases presentes en la aleación HR32 con distintos periodos de envejecimiento a 750°C.	80
Figura 55 Gráfica de microdureza de la aleación HR32 en los diferentes tiempos de envejecimiento.....	82
Figura 56 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 2 h, 200X.	84
Figura 57 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 4h, 200X.	84
Figura 58 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 16h, 200X.	85
Figura 59 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 64h, 200X.	85
Figura 60 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 256h, 200X.	86
Figura 61 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512h, 200X.	86
Figura 62 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 1024 h, 200X.	87
Figura 63 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 4 h, 3500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	88
Figura 64 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	88
Figura 65 Microestructura de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	89
Figura 66 Espectro EDX de los carburos de niobio, de color claro en la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512 h.	90
Figura 67 Espectro EDX de la fase Nb ₃ Ni ₂ Si presente en la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512 h.	90
Figura 68 Análisis EDX lineal de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 512h.	91

Figura 69 Análisis EDX lineal de la aleación HR32 envejecida a 950°C durante 1024h.	92
Figura 70 Proporción de las fases presentes en la aleación HR32 envejecida a 950°C por diferentes períodos de tiempo.....	93
Figura 71 Gráfica microdureza de la aleación HR32 envejecida a 950°C en diferentes periodos de tiempo.....	95
Figura 72 Gráfica de comparación de microdureza para la aleación HR32 con envejecimiento a 750 y 950°C.	96

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Designación e intervalos de composición química para aceros resistentes a la corrosión [7].	22
Tabla 2 Composición química de los aceros vaciados resistentes al calor [7]...	23
Tabla 3 Efecto de elementos en aleaciones resistentes al calor [9].	29
Tabla 4 Fases presentes en aleaciones resistentes al calor [9].	32
Tabla 5 Composición química nominal HR32	46